

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Valdênia de Sousa Porto

**DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICA POROSA CELULAR UTILIZANDO
RESÍDUOS DE VIDRO DE LÂMPADA FLUORESCENTE EM SUA
COMPOSIÇÃO**

Campina Grande, PB
2016

Valdênia de Sousa Porto

**DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICA POROSA CELULAR UTILIZANDO
RESÍDUOS DE VIDRO DE LÂMPADA FLUORESCENTE EM SUA
COMPOSIÇÃO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito à obtenção do título de **Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais**

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Crislene Rodrigues Da Silva Morais

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Lisiane Navarro de Lima Santana

Agência Financiadora: CAPES

Campina Grande, 2016.

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

P853d Porto, Valdênia de Sousa.
Desenvolvimento de cerâmica porosa celular utilizando resíduos de vidro de lâmpada fluorescente em sua composição / Valdênia de Sousa Porto. – Campina Grande-PB, 2016.
123. il. color.

Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2016.
"Orientação: Profa. Dra. Crislene Rodrigues da Silva Morais, Profa. Dra. Lisiane Navarro de Lima Santana".
Referências.

1. Espuma Cerâmica. 2. Resíduos Vítreos - Sustentabilidade. 3. Resíduos Vítreos - Propriedades Físico-Mecânicas. I. Morais, Crislene Rodrigues da Silva. II. Santana, Lisiane Navarro de Lima. III.

CDU 666.125(043.2)

VALDÊNIA DE SOUSA PORTO

DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICA POROSA CELULAR UTILIZANDO
RESÍDUO DE VIDRO DE LÂMPADA FLUORESCENTE EM SUA COMPOSIÇÃO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Aprovado em: 09/08/2016

Crislene Rodrigues da Silva Moraes

Dr.^a Crislene Rodrigues da Silva Moraes
Orientadora
PPG-CEMat/UFCG

Lisiane Navarro de Lima Santana

Dr.^a Lisiane Navarro de Lima Santana
Orientadora
PPG-CEMat/UFCG

Lizandra Fernanda Araújo Campos

Dr.^a Lizandra Fernanda Araújo Campos
Examinadora Externa
UFPB

Maria do Socorro Lopes Cavalcanti

Dr.^a Maria do Socorro Lopes Cavalcanti
Examinadora Externa
UFCG

Soraya Alves de Moraes

Dr.^a Soraya Alves de Moraes
Examinadora Externa
UEPB

Lenilde

Dr.^a Lenilde Mérgia Ribeiro Lima
Examinadora Externa
UFCG

***Até aqui nos ajudou o Senhor
1 Samuel 7:12***

***Aos meus pais Sebastião Porto e Maria de Lourdes,
ao meu marido Romero Medeiros, aos meus
irmãos Vilenia, Wagner e Valbia, às minhas
sobrinhas Milenna , Ana Júlia e Sarah.***

DEDICO.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por todo cuidado, amor e sabedoria, depositado em minha vida, por ter abençoado todas escolhas e caminhos que segui. Obrigada Deus!

Ao meu pai por todo amor e dedicação que sempre teve comigo, um homem batalhador que sempre se esforçou para dar educação aos filhos, pessoa que me orgulho de ter como pai e tenho como exemplo.

À minha mãe pelo amor e carinho, por ser a pessoa que sempre me mostrou que sem Deus em nossa vida nada adianta;

Ao meu esposo Romero Álamo Oliveira de Medeiros, pelo amor, companheirismo, dedicação, paciência, auxílio, força e pelo apoio em todos os momentos, obrigada amor!

Aos meus irmãos e cunhados pela força e companheirismo que sempre tiveram comigo e por acreditar que sempre vencerei todas as dificuldades que surgirem, meu imenso agradecimento.

À minha orientadora Prof^a. Dra. Crislene Rodrigues da Silva Morais, por sua orientação desde minha graduação e motivação neste trabalho, pela paciência, competência científica, acompanhamento do trabalho, e disponibilidade, assim como pelas críticas, correções e sugestões relevantes feitas, durante a orientação. Obrigada professora!

À minha orientadora, Prof^a. Dra. Lisiane Navarro, pelos ensinamentos, dedicação e apoio durante esse trabalho.

À Prof^a. Dra. Maria do Socorro Lopes Cavalcanti, pela colaboração no início de minha caminhada acadêmica e todos os momentos ao longo do desenvolvimento deste trabalho, além do acolhimento, ensinamentos, confiança, incentivo, carinho e paciência.

Às minhas companheiras de doutorado, Angela, Josy e Marina, pelo companheirismo, amizade e apoio durante nossa caminhada acadêmica. Obrigada meninas!

À Yago Medeiros, aluno de engenharia de Materiais, que no último ano me acompanhou na pesquisa sempre disposto a ajudar quando precisei. Muito obrigada!

Aos meus colegas e amigos, Isis, Josué, Dani, pelo companheirismo e ajuda!

Ao coordenador Dr. Romualdo Menezes, pelo apoio, compreensão e gentileza.

À André e Marcia, secretários da coordenação do doutorado, pelo apoio e dedicação sempre com muita paciência e gentileza.

Aos funcionários da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais. Aluizio, Emanuel, Daniela, Geraldo, Beto, Baiano e Kátia pelo apoio, consideração que tiveram para comigo durante a realização deste trabalho.

À Prof^a. Dra. Soraya Morais, Prof^a. Dra. Ieda Santos, Prof^a. Dra. Mégia Ribeiro, Prof^a. Dra. Lizandra Campos, pelas contribuições nesse trabalho e pelas necessárias ajudas.

À CAPES, que ao conceder-me bolsa de estudos, confiou na minha capacidade e contribuiu de maneira relevante, para que fosse possível investir em minha pesquisa e obtivesse resultados gratificantes.

Às empresas COTEBRAS e a RECICLAR LÂMPADAS pelas matérias-primas fornecidas, sem as quais não seria possível a realização da pesquisa.

Ao ESSS. Pela disponibilização do programa CHIMERA, o qual foi possível a caracterização microestrutural das espumas cerâmicas.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para o meu sucesso, muito obrigada!

RESUMO

A preocupação da sociedade com a preservação do meio ambiente vem aumentando progressivamente ao longo dos anos. A população tem se voltado para os conceitos de sustentabilidade, e, dessa forma, vários segmentos ligados à ciência e à tecnologia vêm buscando alternativas para controlar ou minimizar danos causados pelo consumo indiscriminado de matéria-prima natural e energia, além do alto volume de resíduos gerados. Diante dessa premissa, o objetivo da pesquisa foi estudar a possibilidade de utilização do resíduo de vidro de lâmpada fluorescente na composição de uma cerâmica porosa celular. Para a realização da pesquisa, as matérias-primas (argila, alumina e resíduo de vidro de lâmpada) foram submetidas aos seguintes ensaios de caracterização: Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X (EDX), Análise Granulométrica (AG), Difração de Raios-X (DRX), Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Análise Térmica Diferencial (DTA) e Termogravimetria (TG). Foram formuladas três composições de massa cerâmica porosa com diferentes proporções de argila, alumina e, posteriormente, adicionados 5%, 7% e 10% de resíduo de vidro de lâmpada fluorescente. Para conhecer as propriedades reológicas, as suspensões foram preparadas com 72% de sólido e 28% de água destilada; para as medições de viscosidade aparente, utilizou-se o silicato de sódio de 1,2g.ml⁻¹. O processo de conformação utilizado foi o método da réplica. Os resultados sugerem a possibilidade de reutilização de resíduos de vidro de lâmpadas fluorescentes na espuma cerâmica para a composição 1, contendo 50% de argila, 40% de alumina e 10% de resíduo de lâmpada fluorescente na temperatura de queima de 1250oC, e, para a composição 2, com 43% de argila, 50% de alumina e 7% de resíduo de vidro e lâmpada fluorescente na temperatura de queima de 1300oC. Isso mostra que as peças apresentaram melhor desempenho mecânico do que as composições sem o resíduo vítreo, trazendo, assim, um benefício tecnológico e ambiental.

Palavras-chave: Espuma cerâmica; Resíduos Vítreos; Propriedades físico-mecânicas .

ABSTRACT

The concern of society with preservation of environment has been increasing steadily over the years. People have turned to concepts of sustainability and thus various segments related to science and technology have been seeking alternatives to control or minimize damage caused by the indiscriminate use of natural raw materials and energy, besides high volume of waste generated. From this premise, the objective of the research was to study the possibility of using the fluorescent lamp glass residues in cell porous ceramic composition. For conducting the survey, the raw materials (clay, alumina and glass lamp residue) were subjected to the following characterization tests: Energy Dispersive Spectroscopy X-ray (EDX), Sieve Analysis (AG)-Ray Diffraction (XRD), Infrared Spectroscopy Fourier Transform (FTIR), Differential Thermal Analysis (DTA) and thermogravimetry (TG). Three porous ceramic mass compositions were formulated with different ratios of clay, alumina; then, it was added 5%, 7% and 10% of fluorescent lamp glass residue. To know the rheological properties, the slurries were prepared with 72% solid and 28% distilled water, for apparent viscosity measurements, it was used the sodium silicate 1,2g.ml⁻¹. The forming process used was the replica method. The results suggest the possibility of reuse of fluorescent lamps glass waste in the ceramic foam to the composition 1, that contains 50% of clay, 40% of alumina and 10% of fluorescent lamp residue in a burn temperature of 1250°C; and to the composition 2, with 43% of clay, 50% of alumina and 7% of fluorescent lamp glass residue on burn temperature of 1300°C. This shows that the parts have better mechanical performance than compositions without the glassy residue, what brings a technological and environmental benefit.

Keywords: Foam ceramic; Vitreous residues; Physical and mechanical properties.

PUBLICAÇÕES

PORTO, V. S. ; ARAUJO, A. M. B. ; MORAIS, C.R.S. ; CAVALCANTI, M.S.L. .
Caracterização de cerâmica porosa celular á base de argila e alumina eletrofundida. In: 58ºcongresso brasileiro de cerâmica, 2014, bento gonçalves-rs. anais 58º congresso brasileiro de cerâmica, 2014.

PORTO, V. S.; MORAIS, C.R.S.; CAVALCANTI, M.S.L. ; ARAÚJO, A.M.B. ; SALES, J. L. . **Estudo da Viscosidade Aparente em Cerâmica Porosa Celular com Resíduo de vidro de Lâmpada Fluorescente em sua composição.** In: 59 Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2015.

PORTO, V.S.; ARAÚJO, A.M.B. ; MORAIS, C.R.S. ; CAVALCANTI, M.S.L. . **Characterization of materials for porous ceramic using lamp glass residue in your composition.** In: International Symposium on Crystallography, Fortaleza. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 2014.

MORAIS, C. R. S. ; PORTO, V. S. ; CAVALCANTI, M. S. L. ; SALES, J. L. ; ARAUJO, A. M. B. . **Reutilización de residuos lampara fluorescente en cerámica composición celular poroso.** In: GRAL - IV Conferencia Internacional de Gestión de Resíduos Sólidos en América Latina, Guatemala 2015.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 – Classificação dos poros.....	24
Figura 2.2 – Esquema do método da réplica.....	28
Figura 2.3 – Esquema do método gelcasting.....	31
Figura 2.4 – Esquema do método da fase sacrificial.....	33
Figura 2.5 – Curva de viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento.....	35
Figura 2.6 – Curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento.....	36
Figura 2.7 – Representação de uma curva de defloculação.....	37
Figura 2.8 – Representação dos mecanismos de estabilização de suspensões: (a) estabilização eletrostática; (b) estabilização eletroestérica	38
Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia utilizada na pesquisa.....	48
Figura 3.2 – Espumas de poliuretano utilizadas no processo da replica (Foam Partner, Fritz & Nauer AG, Alemanha).....	49
Figura 3.3 – Ensaio de Viscosidade.....	53
Figura 3.4 – Rolos de calandra.....	54
Figura 3.5 – Suspensão cerâmica impregnada na espuma polimérica... ..	55
Figura 3.6 – Espuma cerâmica após secagem em estufa 110°C.....	55
Figura 3.7 – Queima das espumas cerâmicas.....	56
Figura 3.8 – Rampa de queima das espumas cerâmicas.....	56
Figura 3.9 – Medição do peso seco, peso úmido e peso imerso das espumas cerâmicos.....	57
Figura 3.10 – Medição das dimensões das espumas cerâmicos.....	58
Figura 3.11 – Ensaio de compressão.....	59

Figura 4.1 – Difratoograma de raio-X da argila.....	62
Figura 4.2 – Difratoograma de raio-X da alumina	63
Figura 4.3 – Difratoograma de raio-X do resíduo vítreo de lâmpada.....	64
Figura 4.4 – Curva granulométrica da argila.....	65
Figura 4.5 – Curva granulométrica da alumina eletrofundida.....	65
Figura 4.6 – Curva granulométrica do resíduo vítreo de lâmpada.....	66
Figura 4.7– Espectro no infravermelho da argila.....	67
Figura 4.8 – Espectro no infravermelho da alumina.....	68
Figura 4.9 – Espectro no infravermelho do vidro.....	69
Figura 4.10 – Curvas TG/DTG da argila, obtidas com razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio.....	70
Figura 4.11 – Curvas de TG/DTG da alumina eletrofundida, obtidas com razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio.	71
Figura 4.12 – Curvas de TG/DTG do resíduo de vidro de lâmpada, obtidas à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio	72
Figura 4.13 – Curvas de TG/DTG da espuma de poliuretano, obtidas à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio.....	73
Figura 4.14 – Curva DTA da argila, obtida à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}.$, em atmosfera de nitrogênio.....	74
Figura 4.15 – Curva DTA da alumina, obtida à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio.....	75
Figura 4.16 – Curva DTA do resíduo de vidro de lâmpada, obtida à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio.....	75
Figura 4.17 – Curva da viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento das três composições padrões.....	77
Figura 4.18 – Curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa	

de cisalhamento da composição 1 com e sem resíduo vítreo e 1ml.100ml ⁻¹ de massa de silicato de sódio.....	78
Figura 4.19 – Curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento da composição 2 com e sem resíduo vítreo e 1ml.100ml ⁻¹ de massa de silicato de sódio.....	79
Figura 4.20 – Viscosidade aparente em função da quantidade de defloculante da Composição 1, com e sem resíduo vítreo.....	80
Figura 4.21 – Viscosidade aparente em função da quantidade de defloculante da Composição 2, com e sem resíduo vítreo.....	81
Figura 4.22 – Porosidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1 com e sem resíduo de vidro de lâmpada.....	86
Figura 4.23 – Porosidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2 com e sem resíduo de vidro de lâmpada.....	88
Figura 4.24 – Massa específica aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo.....	89
Figura 4.25 – Massa específica aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo.....	90
Figura 4.26 – Absorção de água em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo.....	91
Figura 4.27 – Absorção de água em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo.....	92
Figura 4.28 – Perda ao fogo em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo.....	93
Figura 4.29 – Perda ao fogo em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo.....	94
Figura 4.30 – Retração linear em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo.....	95

Figura 4.31 – Retração linear em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo.....	96
Figura 4.32 – Densidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo.....	97
Figura 4.33 – Densidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo.....	98
Figura 4.34 – Tensão máxima à compressão em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo.....	99
Figura 4.35 – Tensão máxima à compressão em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo.....	100
Figura 4.36 – Medidas dos diâmetros dos poros da espuma cerâmica.....	104
Figura 4.37 – Imagem da espuma cerâmica com aumento de 56X.....	106
Figura 4.38 – Imagem da espuma cerâmica binarizada gerada por software CHIMERA.....	106

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1 – Características das Espumas Poliuretano.....	49
Tabela 3.2 – Formulações padrões utilizadas na pesquisa.....	52
Tabela 4.1 – Composição química das matérias-primas utilizadas.....	61
Tabela 4.2 Distribuição granulométrica das matérias-primas.....	66
Tabela 4.3 – Viscosidade mínima e quantidade de defloculante ideal para as suspensões cerâmicas.....	82
Tabela 4.4 – Variação da cor dos corpos de prova da composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10) nas temperaturas de queima estudadas.....	84
Tabela 4.5 – Variação da cor dos corpos de prova da composição 2 nas temperaturas de queima estudadas.....	85
Tabela 4.6 – Imagens de microscopia óticas da Composição 1 com aumento de 120X.....	102
Tabela 4.7– Imagens de microscopia óticas da Composição 2 com aumento de 120X.....	103
Tabela 4.8 – Diâmetro médio dos poros das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1150°C.....	105
Tabela 4.9 – Diâmetro médio dos poros das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1200°C.....	105
Tabela 4.10 – Diâmetro médio dos poros das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1250°C.....	105
Tabela 4.11 – Diâmetro médio dos poros das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1300°C.....	105

Tabela 4.12 – Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1150°C.....	107
Tabela 4.13 – Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1200°C.....	107
Tabela 4.14 – Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1250°C.....	107
Tabela 4.15 – Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1300°C.....	107

LISTA DE SÍMBOLOS

AA	Absorção de Água
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AG	Análise Granulométrica
CID	Concentração ideal de defloculantes
COMP1MP	Composição massa padrão 1 (60% de argila e 40% de alumina)
COMP1M5	Composição 1 da massa com 5% de resíduo vítreo
COMP1M7	Composição 1 da massa com 7% de resíduo vítreo
COMP1M10	Composição 1 da massa com 10% de resíduo vítreo
COMP2MP	Composição massa padrão 2 (50% de argila e 50% de alumina)
COMP2M5	Composição 2 da massa com 5% de resíduo vítreo
COMP2M7	Composição 2 da massa com 7% de resíduo vítreo
COMP2M10	Composição 2 da massa com 10% de resíduo vítreo
COMP3MP	Composição massa padrão 3 (40% de argila e 60% de alumina)
Composição 1	(COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10)
Composição 2	(COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10)
DA	Densidade Aparente
DRX	Difração de Raios-X
DTA	Análise Térmica Diferencial
EDX	Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X
EDX	Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X
FTIR	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier
MEA	Massa Específica Aparente
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MO	Microscopia ótica
PA	Porosidade Aparente
PF	Perda ao Fogo
PS	Porosidade superficial
RC	Resistência à compressão
RL	Retração Linear
TG	Termogravimetria
VC	Varição da cor após a queima dos corpos de prova

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
1.1	OBJETIVOS	21
1.1.1	Objetivo geral	21
1.1.2	Objetivos específicos	21
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	23
2.1	CERÂMICA POROSA	23
2.1.1	Cerâmica porosa celular	25
2.2	MÉTODOS DE CONFORMAÇÃO DE CERÂMICA POROSA	26
2.2.1	Propriedades reológicas em espuma cerâmica	34
2.3	APLICAÇÕES DAS CERÂMICAS POROSAS	38
2.4	RESÍDUOS SÓLIDOS	40
2.4.1	Resíduos vítreos	42
2.4.1.1	Resíduo de vidro de lâmpadas fluorescentes	43
2.4.2	Incorporação de resíduos vítreos em cerâmica porosa	45
3	MATERIAIS E MÉTODOS	48
3.1	MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS NA PESQUISA	48
3.1.1	Beneficiamento das matérias-primas	49
3.2	CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS	50
3.2.1	Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDX)	50
3.2.2	Análise Granulométrica (AG)	51
3.2.3	Difração de Raios-X (DRX)	51
3.2.4	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	51
3.2.5	Termogravimetria (TG) e Análise Térmica Diferencial (DTA)	51
3.3	FORMULAÇÕES DAS SUSPENSÕES CERÂMICAS	52
3.4	PROPRIEDADES REOLÓGICAS DAS SUSPENSÕES CERÂMICAS	53
3.5	MOLDAGEM, SECAGEM E QUEIMA DAS ESPUMAS CERÂMICA	54
3.5.1	Moldagem e secagem das espumas cerâmicas	54
3.5.2	Tratamento térmico das espumas cerâmicas	55
3.6	CARACTERIZAÇÃO DAS ESPUMAS CERÂMICAS	57
3.6.1	Variação da cor após a queima dos corpos de prova (VC)	57

3.6.2	Porosidade Aparente (PA), Massa Específica Aparente (MEA) Absorção de Água (AA), Perda ao Fogo (PF)	57
3.6.3	Perda ao Fogo (PF), Retração Linear (RL) e Densidade Aparente (DA) 58	
3.6.4	Resistência à compressão (RC)	58
3.6.5	Análise microestrutural das espumas cerâmicas	59
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS.....	61
4.1.1	Composição química das matérias-primas	61
4.1.2	Difração de raios-X (DRX)	62
4.1.3	Análise granulométrica (AG).....	64
4.1.4	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) 67	
4.1.5	Comportamento térmico das matérias-primas	69
4.2	PROPRIEDADES REOLÓGICAS DAS SUSPENSÕES CERÂMICAS 76	
4.3	PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS	83
4.3.1	Variação da cor após a queima dos corpos de prova	83
4.3.2	Porosidade Aparente	86
4.3.3	Massa específica aparente	89
4.3.4	Absorção de água	91
4.3.5	Perda ao fogo	93
4.3.6	Retração linear (RL)	95
4.3.7	Densidade aparente (DA)	97
4.3.8	Resistência à compressão.....	99
4.4	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	101
4.4.1	Microscopia ótica.....	101
4.4.2	Análise da imagem pelo software CHIMERA.....	106
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	110

CAPÍTULO I

Introdução e Objetivos

1 INTRODUÇÃO

É crescente o interesse da sociedade pela questão ambiental e o reconhecimento da relevância deste tema para o futuro de todos. Em 2010, houve um avanço significativo na política ambiental brasileira com a aprovação da Lei nº 12.305 sobre o gerenciamento de resíduos sólidos. Ao criar normas abrangentes para o gerenciamento de resíduos sólidos, a nova legislação respondeu a antigas demandas feitas não apenas por ecologistas, mas por toda a sociedade civil, diante do acúmulo exponencial de dejetos em áreas urbanas e rurais (PEREIRA, 2010).

Nos últimos anos, pesquisas referentes a reciclagem e reaproveitamento de resíduos industriais vêm sendo intensificadas em todo o mundo. Muitas empresas investem em pesquisa e tecnologia, o que aumenta a qualidade do produto reciclado e propicia maior eficiência do sistema produtivo. O setor cerâmico é uma das que mais se destaca na reciclagem de resíduos industriais e urbanos, em virtude de possuir elevado volume de produção que possibilita o consumo de grandes quantidades de rejeitos e que, aliado às características físico-químicas das matérias-primas cerâmicas e às particularidades do processamento, faz da indústria cerâmica uma das grandes opções para a reciclagem de resíduos sólidos (MENEZES, 2002).

Especificamente no setor de lâmpadas, segundo a recicladora Ambiensys (2011), aproximadamente 95% dos usuários pertencem ao comércio, indústria ou serviços; apenas 5% são residenciais. No que se refere ao descarte dos resíduos de lâmpadas, 10% dos municípios brasileiros dispõem seus resíduos em aterros sanitários e aproximadamente 77% dos usuários brasileiros descartam lâmpadas fluorescentes queimadas em lixões, aterros industriais ou sanitários e apenas 6% das lâmpadas descartadas passam por algum processo de reciclagem.

Várias pesquisas vêm sendo realizadas buscando verificar a possibilidade do uso ou incorporação de resíduos vítreos em massas cerâmicas (MONTEIRO *et al.*, 2006; BÓ *et al.*, 2009; NANDI *et al.*, 2015). A reutilização desses resíduos em espumas cerâmicas apresenta uma alternativa

interessante, pois além de evitar a extração de materiais não renováveis, propõe uma destinação ecologicamente correta para este tipo de resíduo.

Pokorny (2011) investigou composições contendo vidro soda cálcico moído, oriundos de embalagens de vidro transparentes para fabricação de espumas vítreas. Os resultados mostraram que é possível obter espumas vítreas a partir de pó de vidro, utilizando carbonato sintético com a introdução de diferentes óxidos, como agente espumante.

Em busca de uma possível alternativa tecnológica para destinação final dos resíduos de vidro de lâmpada fluorescente, esta pesquisa propõe a investigação da incorporação desse resíduo na composição de massa cerâmica, a fim de obter um material com características semelhantes à cerâmica porosa celular, podendo assim, trazer benefícios tanto para inovação tecnológica como para sustentabilidade ambiental.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Investigar a possibilidade de incorporação de resíduo de vidro de lâmpada na composição de massa cerâmica visando a obtenção de espuma porosa celular.

1.1.2 Objetivos específicos

- realizar a caracterização físico-química das matérias primas (alumina eletrofundida, argila *ball clay* e o resíduo vítreo) pelo uso das seguintes técnicas: Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDX), Análise Granulométrica, Difração de Raios-X (DRX), Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), Análise Térmica Diferencial (DTA) e Análise Termogravimétrica (TG);
- formular composições de massa cerâmica porosa com diferentes proporções de argila, alumina e resíduos de vidro de lâmpada e examinar as propriedades reológicas das suspensões cerâmicas através do ensaio de viscosidade (curvas de defloculação e de tixotropia);
- avaliar o efeito do tratamento térmico nas diferentes temperaturas de queima: 1150 °C, 1200 °C, 1250 °C e 1300°C;
- verificar as propriedades físico-mecânicas das espumas cerâmicas obtidas, pelos ensaios de porosidade aparente, massa específica aparente, absorção de água, retração linear, perda ao fogo, densidade e resistência mecânica à compressão;
- analisar as propriedades microestruturais da cerâmica porosa celular pelas imagens de microscopia ótica e utilizando o programa CHIMERA.

CAPÍTULO II

Fundamentação Teórica

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 CERÂMICA POROSA

Espuma cerâmica é um material que possui uma estrutura leve, composta geralmente por 75 a 90% de porosidade, com alta resistência mecânica comparada com espumas poliméricas, baixa condutividade térmica, elevada área específica, alta refratariedade, ampla faixa de permeabilidade, resistência ao desgaste e a altas temperaturas e estabilidade química. É importante salientar que as propriedades das espumas cerâmicas podem ser controladas por meio da modificação da composição química, tamanho da partícula do pó precursor, tipo de método de conformação utilizado, tempo e temperatura de queima utilizado na sinterização. Assim, é possível obter diferentes tipos de espuma cerâmica que podem ser adequados não só para um tipo de aplicação, mas como filtros, suportes catalíticos, membranas, isolantes térmicos, entre outros (MUNDSTOCK *et al.*, 2010).

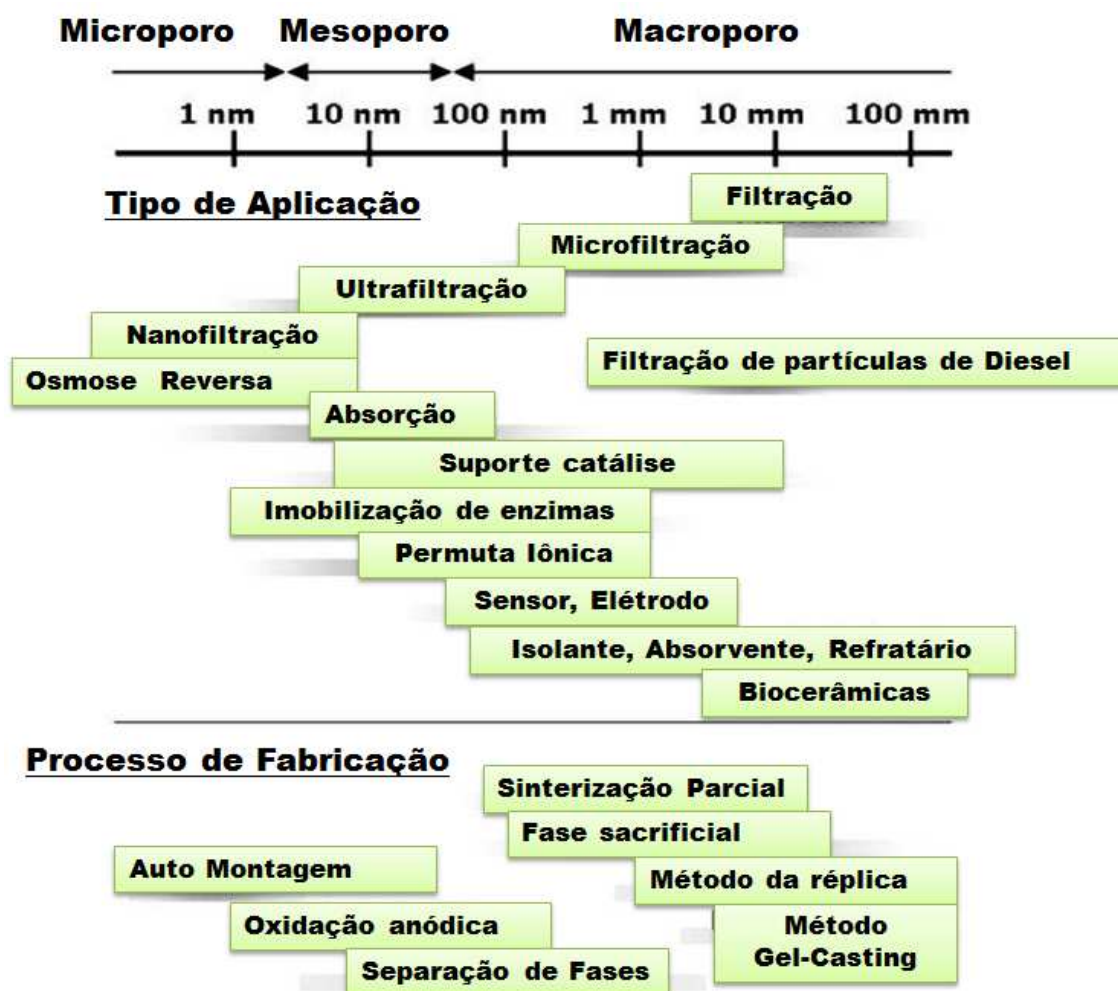
A microestrutura de uma cerâmica adaptada (tamanho, morfologia e orientação dos grãos e poros) trás propriedades mecânicas únicas a cerâmica porosa, que não pode ser atingido mesmo na densa quantidade de materiais existentes (HAN *et al.*, 2011).

Materiais porosos vêm tendo suas aplicações ampliadas e existem inúmeros processos de engenharia nos quais tais corpos cerâmicos podem substituir, com vantagem, os seus concorrentes metálicos ou poliméricos. Isso, por aliam baixo peso à boa refratariedade, resistência ao desgaste e a altas temperaturas e estabilidade química. São exemplos as membranas para processos de separação na indústria química, os suportes de catalisadores e os filtros para limpeza de gases quentes de combustão e metais fundidos e em torres de destilação petroquímica (STURDAT *et al.*, 2006; AVELAR e SANTOS, 2011).

Os materiais porosos são classificados em três graus, dependendo do diâmetro do poro: macroporoso ($d > 50$ nm), mesoporoso (50 nm $< d < 2$ nm) e microporoso ($d < 2$ nm), de acordo com a nomenclatura de IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) (DITTMANN *et al.*, 2013).

A Figura 2.1 apresenta esta classificação, juntamente com as aplicações típicas e de processos de fabricação específicos para obtenção dos diâmetros dos poros.

Figura 2.1 – Classificação dos poros



Fonte: Adaptada de Ohji e Fukushima, 2012.

A distribuição de tamanhos de poros é um parâmetro muito importante para o estudo da estrutura porosa, já que está intimamente relacionada à área total do sólido, sua aplicação e tipo de processo de fabricação (BRITO *et al.*, 2005).

Suas propriedades podem ser adaptadas para cada aplicação específica controlando a composição e a microestrutura da cerâmica porosa. Alterações na porosidade aberta e fechada, a distribuição de tamanho de poro, e da

morfologia dos poros podem ter um efeito importante sobre as propriedades do material. Todas estas características microestruturais são altamente influenciadas pelo processamento utilizado para a produção do material poroso (STURDAT *et al.*, 2006).

As rotas de processamento de cerâmicas macroporosas podem ser categorizadas em réplica, agente de sacrifício e métodos de espumação direta. As características de processamento destes métodos são comparadas no que diz respeito à versatilidade e facilidade de fabricação, além da sua influência sobre a estrutura final das cerâmicas macroporosas (MORAES, 2010).

2.1.1 Cerâmica porosa celular

Materiais sólidos com estrutura celular ou simplesmente materiais celulares são caracterizados por uma rede de unidades celulares com um arranjo bidimensional ou tridimensional de filamentos interconectados, sendo as arestas ou lados destas células formadas por estes filamentos (RAMALHO, 2012).

Em termos de microestrutura, os cerâmicos muito porosos podem ser classificados como fibrosos ou celulares. Os fibrosos são constituídos por um emaranhado de fibras de vidro ou cerâmicas e os celulares por um arranjo relativamente regular de células ocas, abertas (como uma esponja) ou fechadas (como uma espuma de sabão), formando uma rede tridimensional. Estes últimos possuem a vantagem de isotropia das propriedades. Contudo, as aplicações estruturais destes materiais estão bastante limitadas pelas suas baixas resistência mecânica e tenacidade à fratura, atribuídas a sua porosidade (BRITO, 2005).

A cerâmica porosa celular combina propriedades estruturais, mecânicas e fluidodinâmicas que favorecem o uso na filtração de partículas em correntes gasosas a altas temperaturas. Para o tratamento bem sucedido de emissões atmosféricas de aerossóis provenientes de fornos de fabricação de cimento, refinarias, caldeiras e motores à combustão, os filtros cerâmicos devem ter sua permeabilidade maximizada, de modo que a queda de pressão através do elemento seja pequena e implique em baixo consumo energético. Esse requisito pode ser atingido durante o processamento cerâmico adequando-se

variáveis como morfologia, tamanho e volume de poros. No entanto, muita atenção deve ser dada às variáveis interdependentes, como a resistência mecânica e a eficiência de coleta de partículas, para assegurar o desempenho solicitado por uma vida útil longa (INNOCENTINI, 2009).

Os poros apresentam classificações em função da forma como estão inseridos no material e da sua disponibilidade a um fluido externo. Eles podem ser classificados como poros abertos e fechados. Os poros fechados exercem influência sobre as propriedades mecânicas, condutividade térmica e densidade, mas não sobre o fluxo externo de gases e líquidos, pois os mesmos não possuem abertura ao meio externo (SILVA, 2010; HAN *et al.*, 2011).

As cerâmicas celulares vêm dominando o cenário das cerâmicas porosas e são as que têm apresentado maior potencial de aplicação. Sua utilização como componentes estruturais tem sido um dos mais importantes avanços no campo de separação sólido-fluido nas últimas décadas, merecendo destaque nas áreas metalúrgica, automotiva e petroquímica (RAMALHO, 2012).

2.2 MÉTODOS DE CONFORMAÇÃO DE CERÂMICA POROSA

As cerâmicas porosas podem ser obtidas por diferentes métodos de fabricação, os quais interferem significativamente nas características e propriedades dos produtos obtidos. A escolha do método mais adequado está relacionada, além da geometria da peça a ser produzida, às características da geometria dos poros que se deseja obter (RAMALHO, 2012).

Dentre os métodos que vêm sendo utilizados para a produção de cerâmicas porosas, destacam-se o método da réplica de substratos celulares, o método do *gelcasting*, método da fase sacrificial e prensagem.

Cabe ressaltar que estes métodos podem se complementar uns aos outros ou serem adaptados e/ou adequados de modo a se poder obter estruturas com as mais variadas características, envolvendo diferentes materiais cerâmicos. As características de uma estrutura porosa englobam a porosidade total, a distribuição de tamanho de poros, a conectividade entre os

mesmos (poros abertos ou fechados), além da geometria (esféricos, cilíndricos) (MESQUITA, 2009).

O método da réplica é considerado como o primeiro método utilizado para a produção de cerâmicas de estrutura celular porosa. Seu desenvolvimento iniciou-se no início dos anos 1960, quando Schwartzwalder e Somers (1963) utilizaram esponjas poliméricas como modelos para se obter estruturas cerâmicas celulares de diversos tamanhos de poros, porosidades e composições químicas.

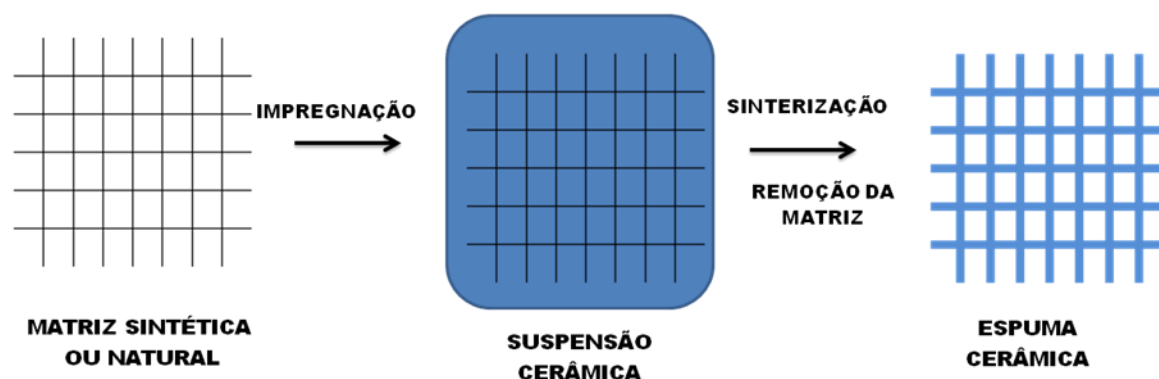
Este método atualmente é o mais utilizado na produção de cerâmicas porosas na indústria, principalmente para fabricação de filtros cerâmicos para serem usados na filtração de metais fundidos e gases a altas temperaturas (MESQUITA, 2009).

Neste tipo de conformação, com utilização do método da réplica, geralmente utiliza-se um pó fino de composição cerâmica em uma suspensão, com características reológicas semelhantes às requeridas para outras rotas de produção, que utilizam barbotinas cerâmicas. O teor de sólidos geralmente encontra-se entre 50-70% em peso, pois um valor mais elevado pode conduzir a uma viscosidade excessivamente elevada que pode provocar dificuldades durante a filtração (BINNER, 2005).

Muitos polímeros diferentes podem ser utilizados para o precursor de espuma; estes incluem poliuretano (PU), policloreto de vinila (PVC), poliestireno (PS), e celulose. As características das propriedades da espuma orgânica são extremamente importantes, pois deve ser capaz de volatilizar sem comprometer a consistência do produto cerâmico. Enfim, a espuma deve queimar completamente durante a sinterização sem danificar a réplica de cerâmica (COLOMBO, 2005).

A composição química da suspensão depende da aplicação do produto final. Após as etapas de calcinação para eliminação do polímero e da sinterização, tem-se uma réplica da esponja em cerâmica, como observa-se no esquema da Figura 2.2 (TOMITA, 2005).

Figura 2.2 – Esquema do método da réplica



Fonte: Adaptada Mesquita (2009)

Esta é uma técnica simples e ao mesmo tempo muito versátil, pois pode ser aplicada a uma grande variedade de composições cerâmicas desde que o material possa ser disperso em uma suspensão. Uma das limitações desse método é o tamanho da célula do molde, que geralmente é maior do que 150 μm para que seja possível a infiltração da suspensão cerâmica nos poros da esponja (SALOMÃO, BRANDI e CARDOSO, 2014).

Um dos fatores de grande importância no método da réplica é a viscosidade da suspensão cerâmica, que tipicamente, apresenta propriedade tixotrópica ou seja, a viscosidade diminui com o tempo, a uma taxa fixa. Esse comportamento reológico pode ser alcançado pelo uso de aditivos tixotrópicos ou espessantes, tais como argilas, sílica coloidal, carboximetil celulose, óxido de polietileno em combinação com dispersantes convencionais (SCHEFFLER e COLOMBO, 2005).

Este tipo de suspensão permite que a espuma polimérica seja revestida, sem excesso de drenagem, formando camada sobre as paredes da espuma. Isso cria aberturas de janelas pequenas entre as células e, assim, aumenta a tortuosidade do trajeto de escoamento para os fluidos e, portanto, aumenta a eficiência quando o cerâmico é utilizado como um filtro. Agentes floculantes também podem ser adicionados para melhorar a aderência da pasta com o material de polímero e assim reduzir as possibilidades de mau revestimento (FALK, 2013).

Para se obter esponjas cerâmicas com o máximo de controle da abertura dos poros, a passagem pelos rolos (calandra) para a retirada do excesso da suspensão cerâmica deve ser avaliada e controlada, a fim de se obter uma camada que tenha total recobrimento dos filamentos da estrutura do material da réplica, não preenchendo seus poros internos. Quanto maior a abertura dos rolos, maior será a quantidade de suspensão que ficará impregnada entre os poros das esponjas diminuindo significativamente os poros abertos e sua área superficial, enquanto que, quanto mais fechado estiverem os rolos maior quantidade de suspensão vai ser retirada obtendo-se esponjas com poros abertos, mais próximo da estrutura original. Porém, se o espaçamento entre os rolos estiver muito fechado, isso pode vir prejudicar a resistência mecânica da esponja, pois a quantidade de suspensão que ficará sobreposta nos filamentos da estrutura inicial será muito fina tornando-se com isso frágil (FALK, 2013).

Outra variável importante no processo de obtenção de esponjas cerâmicas é o tratamento térmico. Essa etapa pode ser descrita como uma das mais importantes do processo, pois é nela que ocorrerá a degradação da esponja polimérica e a consolidação da estrutura. O controle térmico pode ser avaliado conforme a degradação da esponja polimérica por uma análise termogravimétrica (TGA), que verificará a perda de massa da esponja com o aumento da temperatura. Com esse resultado pode-se adequar a taxa de aquecimento a ponto de melhorar a resistência mecânica da esponja evitando defeitos na sua estrutura (SCHEFFLER e COLOMBO, 2005).

Durante a pirólise da esponja, as taxas de aquecimento devem ser mínimas possíveis permitindo a decomposição gradual do material polimérico, evitando a acumulação de pressão no interior dos suportes revestidos, diminuindo com isso o número de trincas nas esponjas cerâmicas (STUDART *et al.*, 2006).

Um dos problemas que pode ocorrer com a utilização deste método da réplica é o surgimento de trincas nos filamentos durante a pirólise da esponja, o que pode comprometer as propriedades mecânicas da cerâmica. Visando evitar esse problema foram propostas algumas soluções, tais como melhorar a molhabilidade da suspensão no substrato a ser impregnado, fazer mais de uma

impregnação para o preenchimento das trincas dos filamentos, adição de fibras na suspensão cerâmica, desgaseificação da mesma (MESQUITA, 2009).

As cerâmicas porosas obtidas por esta técnica podem atingir níveis totais de porosidade aberta entre 40% e 95%, com tamanhos de poros entre 200 μm e 3 mm. A alta interconectividade dos poros aumenta a permeabilidade dos fluidos e gases, o que torna esses materiais bastante adequados para aplicações de filtração de fluidos em alta temperatura (SALOMÃO e BRANDI, 2013).

Já foram utilizados diversos tipos de materiais para esse tipo de processamento. Segue-se uma breve citação de pesquisas que utilizaram diferentes tipos de matérias-primas para este método.

Albuquerque (2006), testou a utilização de matéria-prima empregada na fabricação de telhas e tijolos, constituída basicamente por quartzo e feldspatos, como base utilizando método da réplica e verificou que facilitou o emprego do processo de impregnação em espuma polimérica, pois as suspensões argilosas apresentaram boa plasticidade com elevado teor de sólidos.

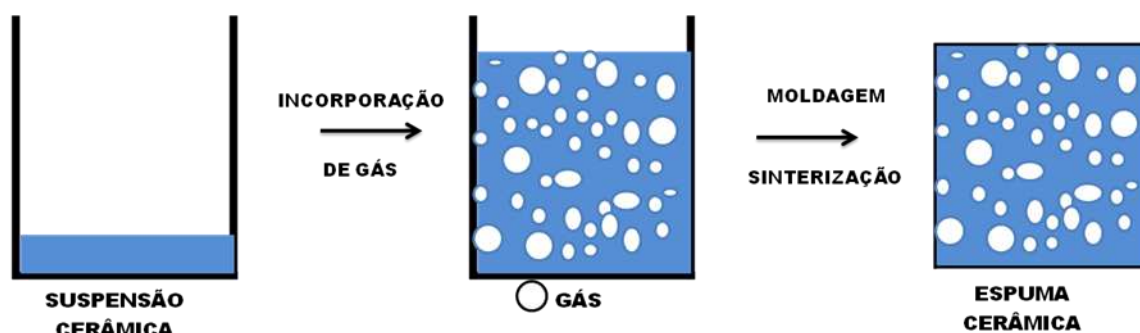
Moreno *et al.* (2009), analisaram a utilização de 70% de massa em sólidos de Al_2O_3 junto com aditivos, numa solução aquosa, utilizando o método de réplica para fabricação de queimadores radiantes porosos.

Mundstock (2010) utilizou vidro para desenvolver uma espuma vitrocerâmica, pelo método da réplica, que possa ser aplicada como implante, mais precisamente, como suporte para o crescimento do tecido ósseo.

Falk (2014) empregou método da réplica para o suporte cerâmico de alumina para avaliar a posterior imobilização de diferentes materiais catalisadores tais como ZnAl_2O_4 , ZnFe_2O_4 e Zn_2SnO_4 .

O método *gelcasting* (Figura 2.3), utiliza uma suspensão cerâmica contendo o agente gelificante que passa por um processo de aeração (normalmente por agitação mecânica), sendo que a espuma obtida é vertida em um molde, passando então por processo de gelificação (ou polimerização) similar ao método original, de modo que o corpo rígido obtido mantenha a estrutura de bolhas formada pela aeração da suspensão.

Figura 2.3 – Esquema do método *gelcasting*



Fonte: Adaptada Mesquita (2009)

A peça conformada é submetida a sucessivas etapas de secagem com posterior tratamento térmico para eliminação de orgânicos e sinterização. Variáveis de processo como as características da suspensão inicial (umidade e viscosidade), método de aeração, presença de surfactantes, espumantes ou outros modificadores permitem que se possa controlar o processo de modo a se obter diferentes estruturas porosas, seja quanto ao percentual de poros, à distribuição de tamanho e forma dos mesmos, ou ainda quanto às características físicas da fase cerâmica entre os poros.

Este controle do processo permite que se interfira nas características do corpo poroso tais como sua resistência mecânica, permeabilidade, condutividade térmica. O método de conformação por *gelcasting* original apresenta o inconveniente de utilizar monômeros que podem ser neurotóxicos, e que, além disso, polimerizam *in situ*, e exigem que a operação ocorra em atmosfera controlada (sem a presença de O_2) (MESQUITA, 2009).

Este processo possui características específicas, como: baixa viscosidade das suspensões e a cinética de reação, que com a adição de um surfactante e um processo de aeração, torna possível a produção de materiais cerâmicos porosos com poros esféricos e diâmetros variando de $30\mu m$ a 2 mm, paredes altamente densificadas e níveis de porosidade que podem ultrapassar 90%, proporcionando ótimas propriedades como alta resistência mecânica, alta permeabilidade, baixa condutividade térmica (RAMALHO, 2012).

O método da fase sacrificial, consiste na incorporação de um material de sacrifício a um precursor cerâmico, diferentemente do método da réplica em que o precursor cerâmico recobria com uma fina camada a estrutura do molde como no caso da esponja polimérica (FALK, 2013). No processo de fase sacrificial, o molde é imerso dentro da solução precursora para se obter uma cerâmica com estrutura celular que é o negativo do material de sacrifício. Como no método da réplica esse método passa por um controle de temperatura para a eliminação do material de sacrifício (ARGÜELLO, 2009).

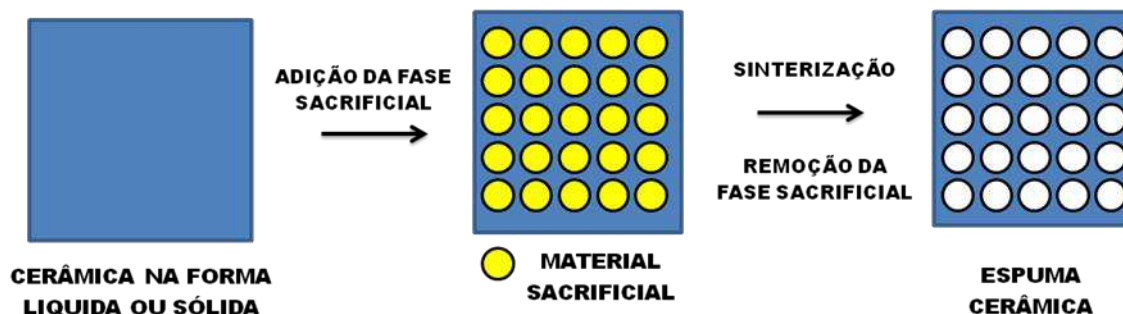
Nesta técnica é utilizado um compósito bifásico consistindo de uma matriz contínua de partículas cerâmicas, ou precursores cerâmicos, e uma fase sacrificial dispersa distribuída homogeneamente na matriz. O compósito bifásico pode ser preparado de três maneiras, impregnando pré-formas previamente consolidadas no material sacrificial com a suspensão cerâmica; pressionando uma mistura de dois componentes em pó, ou ainda, formando uma suspensão bifásica que, em seguida é processada por rotas coloidais úmidas (SALOMÃO, BRANDI e CARDOSO, 2014).

A etapa seguinte consiste na eliminação da fase sacrificial (geralmente por tratamento térmico), gerando os espaços que antes eram ocupados pelo material sacrificial, se transformam em poros com tamanho e forma similares às partículas que os originaram. A maior vantagem do método da fase sacrificial, se comparada aos outros métodos, é a possibilidade de controlar a porosidade, distribuição de tamanhos e a forma dos poros no produto final pela escolha adequada da fase a ser eliminada na pirólise.

Como neste método o produto final corresponde a um negativo da fase sacrificial, não ocorrem trincas nos filamentos como na técnica da réplica, fazendo com que essas cerâmicas porosas tenham melhores propriedades mecânicas que as produzidas por réplica (MESQUITA, 2009).

O agente formador de poro pode ser tanto uma material orgânico combustível que queima durante o aquecimento ou um aditivo solúvel que resulta em poros por dissolução (Figura 2.4). Uma grande quantidade de materiais de sacrifício tem sido utilizada como formadores de poros, incluindo sais, esferas poliméricas, fibras, óleos e sementes, bem como amido, cera, carbono negro de fumo e serragem (MORAES, 2010).

Figura 2.4 – Esquema do método da fase sacrificial



Fonte: Adaptada Mesquita (2009)

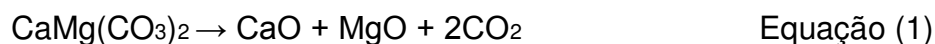
A prensagem é, em essência, a compactação mediante pressão, na forma desejada, de uma massa pulverizada contendo geralmente uma pequena quantidade de água ou de outro elemento aglutinante. Existem três procedimentos básicos de prensagem dos pós: uniaxial, isostático (ou hidrostático) e prensagem a quente. Na prensagem uniaxial, o pó é compactado em um molde metálico através de uma pressão que é aplicada ao longo de uma única direção. A peça conformada assume a configuração do molde e do cursor da prensa através do qual a pressão é aplicada. Este método é restrito a formas relativamente simples; entretanto, as taxas de produção são altas e o processo não é caro (POKORNY, 2006). Na prensagem isostática, a compactação do pó se dá no interior de um molde flexível, sobre o qual atua um fluido pressurizado. Este procedimento assegura uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde e é empregado na fabricação de peças de formas complexas, que apresentem relevos em duas ou mais direções (ALBERO, 2000).

Para o método de processamento de cerâmicas porosas baseado na utilização do processo de prensagem é necessária geração de bolhas de gás dentro da peça cerâmica durante a etapa de queima. Para isto, geralmente utiliza-se em sua composição agentes formadores de bolhas, geralmente carbonato de cálcio, hidróxido de cálcio, sulfato de alumínio e peróxido de hidrogênio (SIMÃO *et al.*, 2012).

Os carbonatos se decompõem durante o aquecimento, para dar origem a óxidos, liberando gás carbônico (MARINO e BOSCHI, 2000). Um calcário

dolomítico é um carbonato duplo de MgCO_3 e CaCO_3 , que contém teores de 46% de MgCO_3 e 54% CaCO_3 em peso.

O calcário dolomítico, para temperaturas acima de 700°C , começa a sofrer decomposição, formando óxido de cálcio (CaO), óxido de magnésio (MgO) e liberando dióxido de carbono (CO_2), segundo a Equação 1.



O carbonato duplo de MgCO_3 e CaCO_3 , quando adicionado ao vidro, libera CO_2 durante a fusão. O CaO e o MgO agem como fluxo para acelerar a fusão da sílica. A substituição de MgO por CaO no vidro sodocálcico aumenta a fusibilidade, reduz a tendência para devitrificação, e aumenta o intervalo de trabalho (o tempo que leva para o vidro se tornar rígido). Esta é uma das razões para limitar a quantidade de MgO nos vidros, quando técnicas de conformação rápida são utilizadas (POKORNY, 2011).

O calcário dolomítico ajuda na diminuição da retração de queima pela formação de neofases (silicoaluminatos de cálcio e magnésio) expansivas, porém provoca um aumento sensível na porosidade. Se a massa vítrea não for bem queimada, os óxidos CaO e MgO provenientes da decomposição da dolomita podem se hidratar e desintegrar a estrutura vítrea (MORELLI e BALDO, 2003).

Pokorny *et al.* (2007), adicionaram a dolomita como agente espumante ao vidro finamente moído para obtenção de espumas vítreas. As peças foram queimadas em temperaturas acima do seu ponto de amolecimento. Esta temperatura foi mantida até que o gás liberado pelo agente espumante (dolomita) fosse capturado na estrutura do vidro, formando uma grande quantidade de poros.

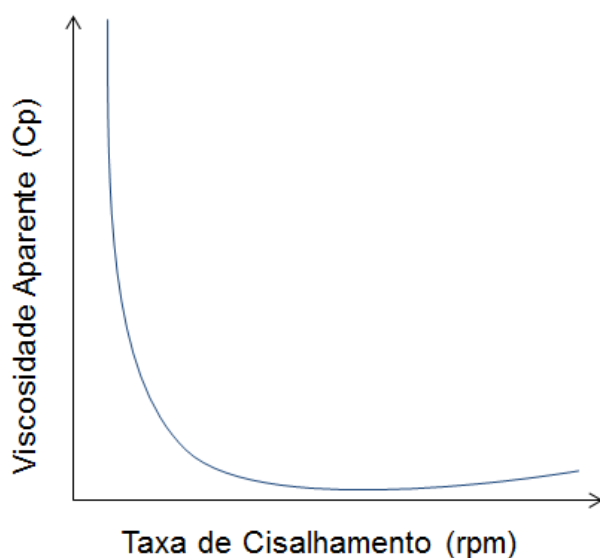
2.2.1 Propriedades reológicas em espuma cerâmica

Para a preparação de massa cerâmica via úmida, é de fundamental importância obter uma barbotina com propriedades de fluidez e viscosidade controladas, tanto para o processo de transporte como na moldagem das

peças, desta forma torna-se indispensável o estudo reológico deste fluido (ROCHA *et al.*, 2008).

As barbotinas cerâmicas podem apresentar um comportamento independente do tempo, mas dependente da taxa de cisalhamento, chamado pseudoplástico e simultaneamente um comportamento dependente do tempo conhecido como tixotropia. O comportamento pseudoplástico é verificado quando a viscosidade aparente do fluido diminui com o aumento da taxa e/ou da tensão de cisalhamento (Figura 2.5) (KALYON *et al.*, 1993; BLANC *et al.*, 2011).

Figura 2.5 – Curva de viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento

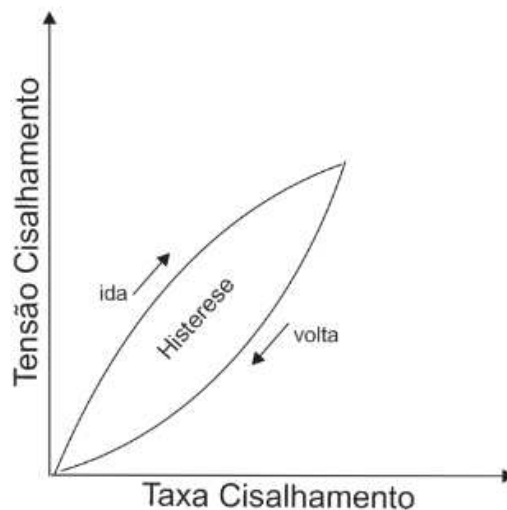


Fonte: Própria (2015).

A tixotropia ocorre quando há uma diminuição da viscosidade aparente com o tempo de cisalhamento, a uma taxa de cisalhamento constante. (DINGER, 2002). Isso ocorre pois, algumas suspensões argilosas, ao permanecerem em repouso por certo tempo, podem apresentar um aumento de viscosidade. O repouso, nestes casos, conduz à aglomeração das partículas em suspensão devido às forças de atração mútua, que imobiliza o líquido entre elas. Contudo, se a suspensão for sujeita à agitação vigorosa os aglomerados

são destruídos e a suspensão, torna-se novamente menos viscosa. (Figura 2.6) (SILVA e GOMES, 2007).

Figura 2.1 – Curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento



Fonte: ZHU et al., (2002).

Outros parâmetros de controle importantes para se obter corpos cerâmicos pelo método da réplica, são as características reológicas da barbotina, pois a uniformidade da deposição da camada depende de parâmetro como a viscosidade da barbotina em condições estáticas (ZHU *et al.*, 2002).

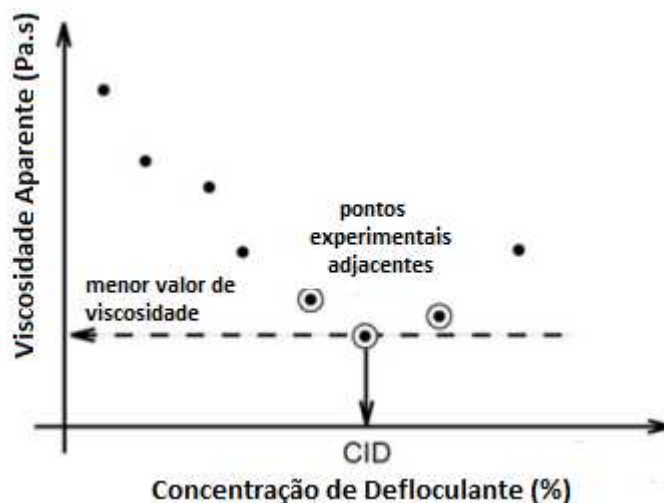
No preparo de espumas cerâmicas pelo método da réplica é essencial a busca da viscosidade adequada para impregnação da suspensão cerâmica na espuma polimérica. A suspensão deve ser fluida o suficiente para penetrar, preencher e recobrir uniformemente a rede polimérica e permitir que seu excesso seja removido quando passada pelos rolos. Também deve apresentar uma viscosidade adequada para que sob condições estáticas, permaneça na esponja polimérica (STUDART, 2006).

Por conseguinte, segundo Falk *et al.* (2014) e Yao (2006) suspensões que apresentam comportamentos necessários para recobrir o molde polimérico com eficiência são aquelas que apresentam características pseudoplásticas e tixotrópicas .

Segundo Gomes *et al.* (2014), a eficiência dos defloculantes é comumente investigada através das curvas de defloculação, que objetivam determinar a menor quantidade de defloculante necessária para conduzir as suspensões a seus menores valores de viscosidade aparente. Esses valores são apresentados em formas de gráficos, que podem ser obtidos através de diversos métodos, mas basicamente consistem em aumentar gradativamente a concentração de defloculante na suspensão cerâmica e medir o valor correspondente da viscosidade da suspensão.

A Figura 2.7 apresenta uma representação da curva de defloculação, em que no eixo da abscissa é inserida a concentração de defloculante e no eixo da ordenada o valor da viscosidade. A partir da obtenção desta curva (Figura 2.7) será possível determinar a concentração ideal de defloculante denominada CID, que apresenta o menor valor de viscosidade aparente, quando considerados dois pontos experimentais adjacentes.

Figura 2.7– Representação de uma curva de defloculação



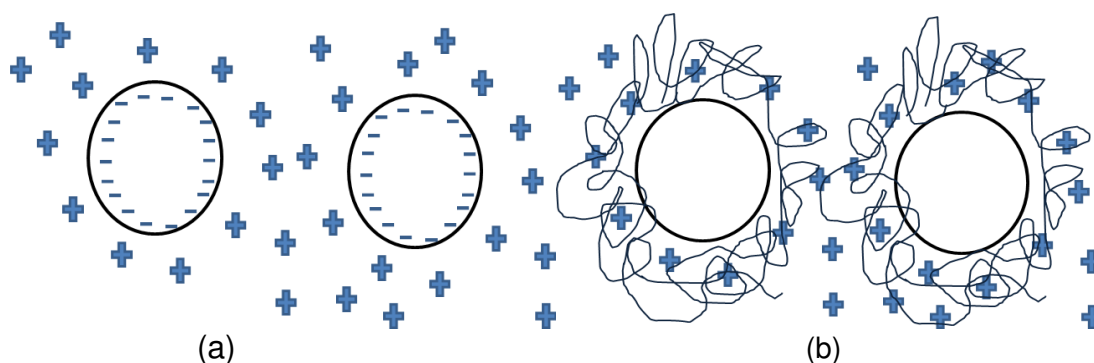
Fonte: Gomes *et al.*, (2014).

Em termos industriais o valor ótimo de defloculação coincide com o mínimo de viscosidade, de forma a garantir uma tixotropia que favoreça o aumento da velocidade de formação de parede e a homogeneidade do depósito.

Existe um conjunto relativamente grande de produtos químicos, comercialmente disponíveis, que podem atuar como defloculantes. A sua seleção deve garantir a eficácia no controle das propriedades reológicas das suspensões, tais como, a obtenção de um bom comportamento entre os valores de viscosidade, tixotropia e densidade. O tipo de defloculante selecionado pode interagir com a suspensão por diferentes mecanismos de deflocação. As forças de repulsão podem ser originadas através da estabilização eletrostática, estabilização estérica e estabilização eletroestérica, alterando a interface partícula/líquido do sistema, promovendo a dispersão da suspensão (MAFIOLETTI *et al.*, 2012).

A Figura 2.8 apresenta dois dos mecanismos que podem ser utilizados em suspensão cerâmica.

Figura 2.8 – Representação dos mecanismos de estabilização de suspensões: (a) estabilização eletrostática; (b) estabilização eletroestérica



Fonte: Adaptado de Mafioletti *et. al.* (2012).

2.3 APLICAÇÕES DAS CERÂMICAS POROSAS

Cerâmicas celulares com estrutura tridimensional, ou simplesmente espumas cerâmicas, têm um grande potencial de aplicação em setores industriais, principalmente nos processos de refino e purificação, filtração de gases quentes, combustão catalítica, recuperação de vapor, aplicações

aeroespaciais e limpeza de poluição, entre outras (STUDART *et al.*, 2006; MORAES, 2010).

No entanto, as aplicações destes materiais dependem de fatores importantes como: propriedades mecânicas e quantidade, distribuição, tamanho e morfologia das células. Materiais celulares que apresentam em sua estrutura células fechadas são normalmente utilizados como isolantes térmicos e os materiais com células abertas são utilizados em aplicações que envolvem a passagem de um fluido, como, filtros para metais fundidos gases quentes e suportes catalíticos (SOUZA, 2008).

A aplicação dos meios porosos nos processos de separação apresenta uma série de vantagens que os permitem, por um lado, competir com os processos clássicos, e por outro lado, abertura de novos campos de utilização, viabilizando processos que seriam impossíveis pelos métodos tradicionais. Os processos de separação com meios porosos, em geral, são operados à temperatura ambiente, o que favorece aplicações bioquímicas ou microbiológicas, em que substâncias termosensíveis estão envolvidas, como ocorre na indústria farmacêutica e de alimentos (BRITO, 2005).

A espuma cerâmica pode atuar como isolante térmico devido à porosidade dos materiais cerâmicos que tem influência significativa na condutividade térmica. Para baixas temperaturas, um aumento do volume dos poros resulta em uma redução da condutividade térmica. A transferência de calor é lenta e ineficiente: os poros contêm ar estagnado, que possui condutividade térmica extremamente baixa, de aproximadamente $0,02 \text{ W.mK}^{-1}$ (ROMANO e PANDOLFELLI, 2006).

O tipo de porosidade também interfere na condutividade térmica do material. Para temperaturas em que o regime de transporte de calor por condução e/ou convecção prevalece, se os poros forem fechados, a condutividade térmica diminui; se os poros forem interconectados, a condutividade térmica aumenta. É preferível uma amostra com estrutura de poros fechados em que inúmeros poros são divididos por finas paredes de vidro do que aquela com uma estrutura com poros grandes interconectados, mesmo que esta apresente uma densidade mais baixa. Não é possível afirmar que quanto mais baixa a densidade mais baixa será a condutividade térmica (POKORNY, 2006).

Outra aplicação importante das cerâmicas celulares porosas é em queimadores, sendo que os principais materiais empregados em sua composição são alumina, carvão de silício e zircônia. Para esta aplicação tem-se como principal característica o caráter refratário dos materiais empregados, possibilitando resistirem às altas temperaturas inerentes a esta utilização, além da permeabilidade, pois é necessário um fluxo contínuo da mistura ar/combustível para se obter uma chama estável (RAMALHO, 2012).

A espuma cerâmica também é utilizada como filtros cerâmicos na separação (retenção) de inclusões sólidas e escória no processamento de metais por fundição (COLOMBO, 2005). Os filtros de espuma cerâmica possuem, em sua superfície e interior, um labirinto intrincado de canais, aumentando o poder de filtração e retenção de impurezas (MORAES, 2010). Desta forma, quando utilizados para a produção de peças fundidas, melhoram a qualidade e a produtividade através da remoção de inclusões não metálicas.

Membranas micro-porosas de alumina são usadas para separação de micróbios de água potável durante o tratamento de efluentes, concentração de sucos de frutas em indústria alimentícia e filtração de bebidas para clarificação e esterilização. Outras aplicações incluem substratos para nano-filtração, ultrafiltração para aplicação em biotecnologia, tratamento de resíduos e água potável, indústria farmacêutica, indústria nuclear e dessalinização da água do mar para torná-la adequada para beber (PRABHAKARAN *et al.*, 2006 e 2009)

2.4 RESÍDUOS SÓLIDOS

Segundo a norma da ABNT, NBR 10.004:2004, resíduos sólidos são aqueles que resultam de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição. Ficam incluídos nesta definição os lodos provenientes de sistemas de tratamento de água, aqueles gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição, bem como determinados líquidos cuja particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos de água, ou exijam para isso soluções, técnica e economicamente, inviáveis em face à melhor tecnologia disponível.

Segundo a NBR 10.004 os resíduos sólidos são classificados como perigosos (Classe I) e não perigosos (Classe II).

Resíduos Classe I – Perigosos:

Exemplos: lodo de curtume com cromo, resíduo contaminado com metal pesado, borra oleosa, material contaminados com óleo usado ou tinta, solventes usados, graxas, equipamentos elétricos a base de bifenilaspolicloradas (PCB), borra ácida de processos de refino de óleos, resíduos de tintas, lâmpada fluorescente, pilhas e baterias, resíduos patogênicos de serviços de saúde, etc.

Características/Propriedades: risco à saúde pública/riscos ao meio ambiente/inflamabilidade/corrosividade/reatividade/toxicidade/patogenicidade.

Resíduos Classe II - Não-perigosos:

Resíduos Classe II A – Não-Inertes: Exemplos: resíduos orgânicos, resíduos de gesso, borra de fundição, areia de fundição, papel, papelão, plástico (não contaminado com produtos químicos), borracha, pneus, madeira, material têxtil, metal ou embalagens isentos de substâncias contaminadas.

Características/Propriedades: “Reagem/provocam alterações no meio ambiente”: Biodegradabilidade, combustibilidade ou solubilidade em água

Resíduos Classe II B – Inertes: Exemplos: material de construção, rocha, tijolos, cerâmicas, vidros, pedra e areia (estas não contaminadas com produtos químicos), etc.

Características/Propriedades: “Não reagem e nem provocam alterações no meio ambiente:” Seus constituintes não são solubilizados a concentrações superiores aos padrões de potabilidade de água (SAVICZKI , 2012).

A destinação final dos resíduos sólidos urbanos constitui um dos maiores problemas da sociedade moderna, já que sua composição tem se modificado muito ao longo dos últimos anos e a geração de lixo tem crescido surpreendentemente, sobretudo nos países em desenvolvimento. Esses dois fatores associados têm criado uma necessidade de se buscar novos conceitos e soluções, dentro de uma visão de sustentabilidade abrangente e comprometida com a proteção ambiental (CRUZ, 2009; DIAS; 2009).

Alguns fatores como a crescente preocupação ambiental têm provocado mudanças na gestão das empresas. Um setor bastante influenciado é o de resíduos sólidos, tanto que em 2010 foi aprovada a lei 12.305/10 que institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) a fim de disciplinar a coleta, o destino final e o tratamento de resíduos, além de estabelecer diretrizes para

reduzir a geração de lixo e combater o desperdício de materiais descartados. A referida Lei sob nº 12.305 foi regulamentada pelo Decreto nº 7.404 que instituiu criar o Comitê Interministerial da PNRS e o Comitê Orientador para implantação dos sistemas de Logística Reversa (LR) (SEO e MOURÃO, 2012).

2.4.1 Resíduos vítreos

Resíduos de vidros correspondem a todos os tipos de produtos de sucata ou peças quebradas, tais como garrafas, lâmpadas, pequenos frascos, placas de janela, espelhos, fibras de vidro e esteiras, entre outros. Apesar do vidro soda-cal, um tipo comum de vidro, ser facilmente reciclado, devido à sua baixa temperatura de fusão e temperatura de processamento, uma enorme quantidade ainda é descartada em lixões e aterros da cidade (MORAIS, 2013).

O Brasil produz em média 980 mil toneladas de embalagens de vidro por ano, usando cerca de 45% de matéria-prima reciclada na forma de cacos. Parte deles é gerado como refugo nas fábricas e parte retornou por meio da coleta seletiva (CEMPRE, 2014).

Embalagens de vidro podem ser totalmente reaproveitadas no ciclo produtivo do vidro, sem nenhuma perda de material. A reutilização do vidro para a produção de novas embalagens consome menor quantidade de energia e emite resíduos menos particulados de CO₂, contribuindo para a preservação do meio ambiente (OLIVEIRA *et al.*, 2009). Outro aspecto é o menor descarte de lixo, reduzindo os custos de coleta urbana, e aumentando a vida útil dos aterros sanitários.

O vidro é 100% reciclável e pode ser reciclado inúmeras vezes, pois é feito de minerais como, areia, barrilha, calcário e feldspato. Ao agregarmos o caco na fusão, diminuimos a retirada de matéria-prima da natureza (OLIVEIRA *et al.*, 2009)

Os benefícios da reciclagem do vidro são inúmeros e incluem não só a preservação do meio ambiente e sua qualidade como material e embalagem, mas também a viabilidade econômica e a geração de empregos (ABIVIDRO, 2014).

O principal mercado para recipientes de vidros usados é formado pelas vidrarias, que compram o material de sucateiros na forma de cacos ou recebem

diretamente de suas campanhas de reciclagem. Além de voltar à produção de embalagens, a sucata pode ser aplicada na composição de asfalto e pavimentação de estradas, construção de sistemas de drenagem contra enchentes, produção de espuma e fibra de vidro, bijuterias e tintas reflexivas (CEMPRE, 2014).

Os vidros selecionados para reciclagem são triturados, transformando-os em cacos de tamanhos homogêneos, para assim, serem encaminhados às indústrias vidreiras juntamente com as demais matérias-primas virgens (calcário, barrilha, feldspato, entre outros). Na fabricação de embalagens, o caco pode diminuir em até 95% a quantidade de insumos para a fabricação do vidro e funciona como matéria-prima já balanceada, podendo substituir o feldspato ou a barrilha, agindo como fundente no processo (DIAS, 2009).

A inclusão de cacos de vidro no processo normal de fabricação de vidro reduz o gasto com energia e água. Para cada 10% de caco de vidro na mistura economiza-se 4% da energia necessária para a fusão nos fornos industriais e há redução de 9,5% no consumo de água (CEMPRE, 2014).

Na reciclagem dos cacos as recomendações necessárias são que estes não podem conter pedaços de cristais, espelhos, lâmpadas e vidro plano usados nos automóveis e na construção civil. Por terem composição química diferente, esses tipos de vidro causam trincas e defeitos nas embalagens. No entanto, algumas indústrias voltadas para esse material já incorporam percentuais de vidro plano na produção (DIAS, 2009).

2.4.1.1 Resíduo de vidro de lâmpadas fluorescentes

Uma lâmpada fluorescente é constituída por um tubo fechado de vidro, preenchido com gás argônio e vapor de mercúrio à baixa pressão. Na parte interna desse tubo tem-se a presença de uma poeira fosforosa composta por vários elementos químicos, e dentre eles pode-se destacar o mercúrio, alumínio, chumbo, cromo, manganês, níquel. Uma característica de grande importância é a vida útil das lâmpadas fluorescentes, pois ela é definida como a durabilidade em horas (SOUSA, 2013).

Segunda a ABILUX (2013), existem algumas vantagens das lâmpadas que contêm mercúrio em relação às incandescentes, tais como: eficiência do

nível de luminosidade é de 3 a 6 vezes superior, a vida útil chega até 15 vezes maior.

Para localidades onde existe a separação de resíduos recicláveis, é importante manter os produtos que contêm mercúrio separados do lixo comum. Tais produtos são, frequentemente, classificados como resíduos perigosos se excederem o limite regulatório de toxicidade ($0,2 \text{ mg.L}^{-1}$) (DIAS, 2009).

Para a reciclagem desse tipo de resíduo é necessário um tratamento especial. Os principais processos de tratamento das lâmpadas com mercúrio no Brasil, constituem basicamente duas fases: esmagamento e destilação. Na primeira fase, de esmagamento, as lâmpadas usadas são introduzidas em processadores para esmagamento. As partículas esmagadas são conduzidas a um ciclone por um sistema de exaustão, em que as partes maiores, tais como vidro quebrado, terminais de alumínio e pinos de latão são separados e ejetados para fora do ciclone, onde então são separados por diferença gravimétrica. A poeira fosforosa e particulados menores são coletados em um filtro no interior do ciclone. Posteriormente, por um mecanismo de pulso reverso, a poeira é retirada deste filtro e transferida para uma unidade de destilação para recuperação do mercúrio. Na fase de destilação, ocorre a separação do mercúrio do material fosforoso, pela elevação da temperatura acima de 375°C , ponto de ebulição do mercúrio. Esse processo é utilizado pela empresa Apliquim Brasil Recycle, situado no município de Paulínia, no estado de São Paulo (SEO e MOURÃO, 2012).

Outro processo utilizado para o tratamento do mercúrio nas lâmpadas é o processo a moagem com tratamento químico. Esse processo, assim como o térmico, pode ser dividido em duas etapas: fase de esmagamento e fase de contenção do mercúrio. A primeira fase difere do tratamento térmico, por ser realizada com lavagem do vidro. Assim, a quebra das lâmpadas ocorre sob uma cortina de água, evitando que o vapor de mercúrio escape para a atmosfera. Este processo é utilizado pela Mega Reciclagem situada em Curitiba (MOMBACH *et al.* 2008).

Por fim, outro processo comum no Brasil utiliza o Papa Lâmpadas®. A Naturalis Brasil localizada em Jundiaí, São Paulo, atua na busca de alternativas que colaborem para que empresas e instituições, ecologicamente conscientes,

utilizem esse método a fim de dar um destino ambientalmente seguro a seus resíduos (SEO e MOURÃO, 2012).

O equipamento Papa- Lâmpadas® é o único aprovado pelas normas da ABNT-NBR 10.004/2004 e O.S.H.A. O método NIOSH 6099 é composto por um tambor metálico de 200 litros, com capacidade para compactar aproximadamente 850 lâmpadas, sem necessidade de descarte em local apropriado, com triplo sistema de filtragem: um para o pó fosfórico, um para partículas de vidro e outro para retenção dos gases venenosos.

O Papa Lâmpadas® funciona como uma usina de tratamento. Quando inserida na máquina, a lâmpada é quebrada, o material pesado deposita-se no fundo do tambor e o vapor de mercúrio é absorvido por um filtro de carvão ativado que, posteriormente é levado para uma máquina destiladora. Lá é volatilizado e em seguida resfriado, o que faz com que o mercúrio volte à sua forma metálica original e, assim como o vidro e o metal, torna-se matéria-prima novamente (MORAIS, 2013).

2.4.2 Incorporação de resíduos vítreos em cerâmica porosa

O desenvolvimento de práticas de reciclagem e reaproveitamento, tem se tornado expressivo, em todo o mundo, nos últimos anos. Em países como o Brasil, existem muitos resíduos industriais com potencial de utilização e que merecem investigação e estudo.

Wu *et al.* (2006), produziram espuma vítrea a partir de uma mistura de resíduos de silicato (20% em peso) e de vidro garrafa (80% em peso). Foi verificado que espumas produzidas sob esta condição apresentam resistência à compressão satisfatória de cerca de 1,5 MPa mostrando relativamente alta resistência ao choque térmico, com resistência à compressão diminuindo gradualmente à medida que a aumenta a temperatura.

Assis (2006), estudou peças sinterizadas porosas para uso como meio de filtragem, produzidas a partir de pós de vidro oriundo de material reciclado. Os resultados mostraram que vidros reciclados podem ser plenamente empregados na confecção de peças porosas por sinterização e que permite certa flexibilidade no processamento de membranas para uso específico em microfiltração.

Fernandes (2004), propôs a valorização de resíduos industriais, incluindo resíduos de vidro plano, cinzas volantes, lamas de mármore e lixas à base de carboneto de silício. Os resultados mostraram que é possível produzir espumas à base de vidro utilizando todos os diferentes tipos de agentes expansivos, embora o SiC seja o mais eficaz. Por outro lado, a substituição do SiC comercial pelas lixas calcinadas mostrou-se igualmente eficaz na produção de espumas com propriedades semelhantes.

Pokorny (2011), investigou espumas vítreas para aplicação de isolantes produzidas a partir de vidro soda cálcico moído, oriundos de embalagens de vidro transparente e um carbonato sintético, utilizado como agente espumante com composição semelhante ao calcário dolomítico. Os resultados mostraram que é possível obter espumas vítreas a partir de pó de vidro, utilizando carbonato sintético com a introdução de diferentes óxidos, como agente espumante.

Francis e Rahman (2013), avaliaram a formação de uma estrutura celular a partir de resíduos de vidro de automóvel e serragem. A fim de se produzir espumas à base de vidro, foram utilizados percentuais de resíduos de vidro automotivo e serragem como agente de formação de poros. As amostras feitas com 60% de vidro e 40% de serragem apresentaram os melhores resultados, quando queimados a 650°C, em termos de densidade e desenvolvimento da microestrutura. Os resultados mostraram uma forma conveniente para o tratamento de resíduos de vidro automotivo, transformando-os em produtos porosos a serem utilizados para aplicações especializadas, estruturais e outras.

Gomes *et al.* (2014), investigaram a obtenção de cerâmica celular porosa obtidas a partir de resíduos de vidro e NaCl. Para a confecção dos corpos de prova foi utilizado 30 a 50% em peso de NaCl ao vidro. As amostras foram então prensadas e sinterizadas nas temperaturas de 800°C e 850°C, com taxa de aquecimento de 2,5°C.min⁻¹. Foi verificado que é possível obter cerâmicas celulares porosas para possível aplicação em filtração e separação de partículas, utilizando-se vidro e NaCl.

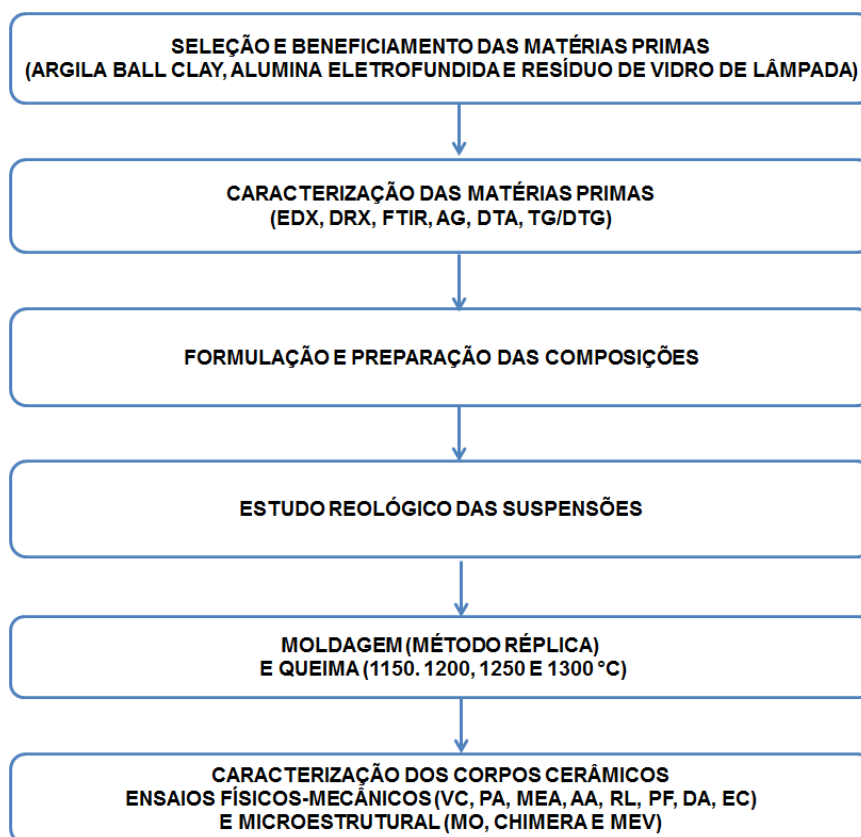
CAPÍTULO III

Materiais e Métodos

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia da pesquisa encontra-se estruturada em etapas que estão representadas no fluxograma abaixo (Figura 3.1).

Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia utilizada na pesquisa



Fonte : Própria, 2015.

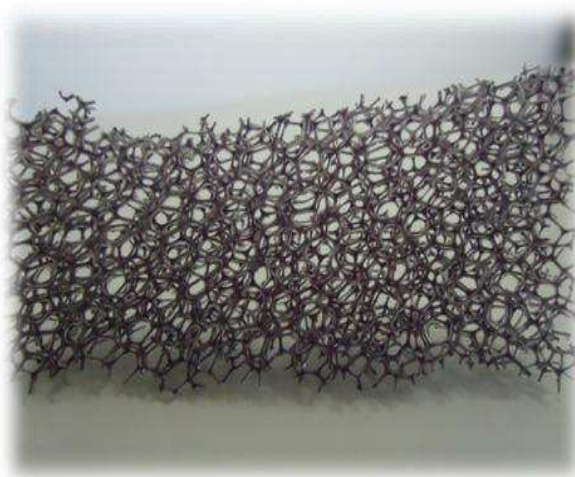
3.1 MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS NA PESQUISA

Para a realização da pesquisa foram utilizadas como matérias-primas: alumina eletrofundida e argila *Ball Clay*, as quais foram doadas pela empresa COTEBRAS (Companhia Tecnocerâmica do Brasil) e os resíduos de vidro de lâmpada proveniente da Reciclar Lâmpadas, localizada em Fortaleza-CE.

O silicato de sódio (Na_2SiO_3), utilizado nas barbotinas como defloculante, foi fornecido pela Indústria LUZARTE/PE. A densidade do defloculante é de $1,2 \text{ mg.L}^{-1}$, normalmente utilizada nas suspensões.

Para a preparação das peças porosas foram utilizadas espumas de poliuretano (Foam Partner, Fritz & Nauer AG, Alemanha) de porosidade aberta (Figura 3.2), fornecidas pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina. As características fornecidas pelo fabricante estão apresentadas na Tabela 3.1

Figura 3.2 - Espumas de poliuretano utilizadas no processo da replica (Foam Partner, Fritz & Nauer AG, Alemanha)



Fonte: Própria (2014).

Tabela 3.1- Características das Espumas Poliuretano

Característica	Espuma
Densidade linear de poros PPI	10
Densidade (kg.m⁻³)	25
Alongamento no ponto de ruptura (%)	>100
Fluxo de ar (m².s⁻¹)	4500

*PPI- pores per inch

Fonte: Argüello (2009).

3.1.1 Beneficiamento das matérias-primas

Para o desenvolvimento da pesquisa a argila *Ball Clay* foi moída/desaglomerada em moinho de galga e peneirada através de peneira com abertura ABNT N°200 (abertura 74 µm).

A alumina eletrofundida foi fornecida já desaglomerada, na forma de pó, sendo necessário apenas o beneficiamento em peneira ABNT N°100 (abertura 149 μm) para serem posteriormente caracterizadas.

O resíduo de vidro de lâmpada fluorescente foi fornecido pela Reciclar Lâmpadas já descontaminado de mercúrio pelo equipamento “Papa-lâmpadas”.

Para obter uma fragmentação maior do resíduo de vidro de lâmpada utilizou-se pistilo e almofariz, em seguida esses fragmentos foram moídos em moinho periquito, por aproximadamente 30 minutos, para que fossem transformados em pó e passados em malha de 200 *mesh* para caracterização.

As espumas de poliuretano foram cortadas em seções retangulares nas dimensões (6,0x2,0x1,0) cm^3 aproximadamente, para obtenção do tamanho das peças conforme recomendação de Santos (1992).

3.2 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

A maior parte das caracterizações foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande.

3.2.1 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDX)

Para identificação da composição química (óxidos presentes) das matérias-primas e do resíduo vítreo, foram preparadas pastilhas, prensadas a 5 toneladas por 30 segundos, para serem colocadas no equipamento SHIMADZU X-Ray Fluorescence Spectrometer (EDX 720).

Este tipo de análise utiliza a aplicação de raios-X na superfície da amostra que provocam a emissão de raios fluorescentes característicos. Um posterior diagnóstico dos raios emitidos por cada um dos elementos químicos presentes, possibilita a identificação dos elementos característicos presentes na matéria-prima estudada.

3.2.2 Análise Granulométrica (AG)

Na caracterização granulométrica, foi utilizado o equipamento CILAS 1064, através do método por difração a laser. A análise foi realizada em meio aquoso, numa proporção de 250mL de água destilada para cada 5g de material. É de grande importância certificar-se da distribuição das partículas, já que a homogeneidade e estabilidade das massas cerâmicas são características fundamentais na obtenção de propriedades adequadas.

3.2.3 Difração de Raios-X (DRX)

Para caracterização das matérias-primas através da difração de raios-X foi utilizado o equipamento SHIMADZU XRD – 6000 com radiação $\text{CuK}\alpha$, tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, com passo de $0,02^\circ$ e tempo de contagem de 0,6 s com varredura de 2 a 60° , empregando o sistema $\theta - 2\theta$ e modo de leitura “Fixed Time”. Este ensaio foi realizado a fim de identificar os componentes presentes nas matérias-primas estudadas.

3.2.4 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Para realização do ensaio de espectroscopia de infravermelho foi utilizado o espectrofotômetro de infravermelho por transformada de Fourier modelo IR-Prestige 21, da Marca Shimadzu. Os parâmetros utilizados no ensaio foram: região (IV médio): 4000 a 400cm^{-1} , resolução: 4cm^{-1} , nº de varreduras: 20 acumulações, modo: transmitância.

Na confecção das pastilhas utiliza-se a proporção de 1% de massa da amostra relacionada à massa de KBr (1 mg de amostra para 100 mg de KBr). O KBr utilizado foi o anidro 99% da Sigma-Aldrich. O ensaio foi realizado no laboratório de Combustíveis e Materiais da Universidade Federal da Paraíba.

3.2.5 Termogravimetria (TG) e Análise Térmica Diferencial (DTA)

As curvas TG e DTA foram obtidas num sistema de análise térmica TA Instruments SDT-Q600 Simultaneous TGA/DSC, em atmosfera de nitrogênio,

fluxo de $50\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$, com cadinho de alumina e razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, numa faixa de temperatura entre a ambiente e até 1.000°C .

3.3 FORMULAÇÕES DAS SUSPENSÕES CERÂMICAS

As suspensões cerâmicas sem resíduo vítreo, selecionadas para estudo foram denominadas: Composição 1, 2 e 3, designadas de COMP1, COMP2 e COMP3 respectivamente. Todas as formulações foram misturadas com 28% de água destilada e silicato de sódio. As proporções de matéria-prima utilizadas foram baseadas em Freitas *et al.* (2004) e encontram-se na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Formulações padrões utilizadas na pesquisa

FORMULAÇÕES	MATÉRIAS-PRIMAS		
	ARGILA	ALUMINA	RESÍDUO VÍTREO
COMP1MP	60%	40%	-
COMP1M5	55%	40%	5%
COMP1M7	53%	40%	7%
COMP1M10	50%	40%	10%
COMP2MP	50%	50%	-
COMP2M5	45%	50%	5%
COMP2M7	43%	50%	7%
COMP2M10	40%	50%	10%
COMP3MP	40%	60%	-
COMP3M5	35%	60%	5%
COMP3M7	33%	60%	7%
COMP3M10	30%	60%	10%

Fonte: Própria (2014).

3.4 PROPRIEDADES REOLÓGICAS DAS SUSPENSÕES CERÂMICAS

A determinação da viscosidade aparente foi realizada utilizando um viscosímetro de marca Brookfield Modelo DV-II (Figura 3.3), Spindle 4, nas rotações 1, 5, 10, 30, 60 e 90 rpm. A aferição dos valores de viscosidade para determinação da curva de defloculação foi realizada adicionando-se 0,1mL de silicato de sódio mantido por um tempo de 1 minuto. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Combustíveis e Materiais da Universidade Federal da Paraíba.

Figura 3.3 - Ensaio de Viscosidade



Fonte: Própria (2015).

As suspensões foram avaliadas com diferentes teores de defloculante para definir qual a quantidade que iria proporcionar a melhor impregnação, ou seja, obter uma suspensão suficientemente fluida para ser parcialmente removida quando passada pelos rolos da calandra, mas também suficientemente viscosa após o revestimento a ponto de evitar o gotejamento.

Nas propriedades reológicas foram obtidas as curvas de viscosidade aparente, e através destas foram determinados os seguintes pontos de referência: ponto inicial, aquele em que a adição do defloculante inicia a variação da viscosidade; ponto mínimo, aquele que após as adições crescentes

do defloculante, a viscosidade atinge o valor mínimo; ponto além do mínimo, aquele em que após as adições crescentes de defloculante a viscosidade começa a aumentar; e ponto ótimo, aquele que fica um pouco antes do ponto mínimo

3.5 MOLDAGEM, SECAGEM E QUEIMA DAS ESPUMAS CERÂMICA

3.5.1 Moldagem e secagem das espumas cerâmicas

As suspensões cerâmicas foram homogeneizadas em um misturador mecânico Fisotom - modelo 713D - série 988868, com velocidade de aproximadamente 800 rpm, por cerca de 30 minutos.

Em seguida, foram impregnadas em esponjas poliméricas de poliuretano (Foam Partner, Fritz & Nauer AG, Alemanha), de porosidade aberta (Figura 3.2). O excesso de suspensão foi retirado através de rolos de calandra, a fim de desobstruir os poros, ou seja, para a preparação das esponjas cerâmicas utilizou-se o método da réplica (Figura 3.4).

Figura 3.4 – Rolos de calandra



Fonte: Própria (2015).

Após retirar o excesso da suspensão nos rolos de calandra (Figura 3.5), as espumas cerâmicas secaram primeiramente à temperatura ambiente, por aproximadamente 24 horas, de acordo com informações obtidas em trabalho realizado preliminarmente (SOUSA, 2005), para depois serem secadas por 24 horas em estufa, Modelo 315 SE-FANEM, a 110 °C (Figura 3.6).

Figura 3.5- Suspensão cerâmica impregnada na espuma polimérica.



Fonte: Própria (2016).

Figura 3.6 - Espuma cerâmica após secagem em estufa 110°C



Fonte: Própria (2016).

3.5.2 Tratamento térmico das espumas cerâmicas

Após a secagem, os corpos de provas cerâmicos foram tratados termicamente nas temperaturas de 1150, 1200, 1250 e 1300 °C, com uma taxa de aquecimento inicial de 1°C.min⁻¹ para que a volatilização do polímero ocorresse de forma vagarosa para evitar defeitos e formação de trincas nas peças, passando para uma taxa de 5°C.min⁻¹ para uma apropriada consolidação do corpo ou esqueleto cerâmico. Para isto, utilizou-se o Forno Linn - Modelo Eletro-Term (Figura 3.7).

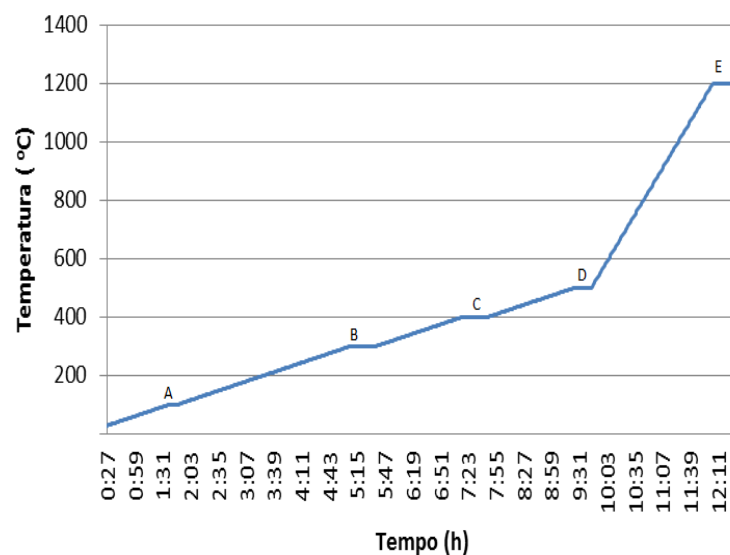
Figura 3.7 - Queima das espumas cerâmicas



Fonte: Própria (2016).

Para queima foi utilizada a rampa esquematizada na Figura 3.8. Para cada temperatura denominadas pelas letras A (100°C), B (300°C), C (400°C), D (500°C) e E (Temperatura final de queima), houve um tempo de permanência de 10, 30, 30, 20 e 30 min, respectivamente.

Figura 3.8- Rampa de queima das espumas cerâmicas.



Fonte: Própria (2016).

3.6 CARACTERIZAÇÃO DAS ESPUMAS CERÂMICAS

Os ensaios físicos foram realizados de acordo com a norma recomendada ABNT/NBR 15097:2004 e ABNT/NBR 6220:2011.

3.6.1 Variação da cor após a queima dos corpos de prova (VC)

Este ensaio constituiu em uma avaliação visual da tonalidade dos corpos após a queima nos patamares de 1150°C, 1200°C, 1250°C, 1300°C. Para esta análise foram utilizadas as imagens obtidas pela câmera fotográfica semiprofissional da marca Sony modelo NEX-5N.

3.6.2 Porosidade Aparente (PA), Massa Específica Aparente (MEA) Absorção de Água (AA), Perda ao Fogo (PF)

Após a queima, os corpos de prova foram pesados (peso seco, úmido e imerso) para obtenção dos valores de porosidade aparente, absorção de água, massa específica (Figura 3.9). Foram calculados em Excel, a média e desvio padrão utilizando 10 peças para cada variação de temperatura e composição.

Figura 3.9- Medição do peso seco, peso úmido e peso imerso das espumas cerâmicas.



Fonte: Própria (2016).

3.6.3 Perda ao Fogo (PF), Retração Linear (RL) e Densidade Aparente (DA)

No ensaio de perda ao fogo as espumas foram pesadas, antes e após a queima, e então calculados os valores de perda ao fogo.

O ensaio de retração linear foi realizado com a finalidade de avaliar a redução de volume do corpo de prova após a queima. Nesse experimento foi utilizado um paquímetro digital com resolução de 0,05mm para medição dos corpos (Figura 3.10).

Figura 3.10- Medição das dimensões das espumas cerâmicos.



Fonte: Própria (2016).

Para obtenção da densidade aparente foi realizada a medição da massa da amostra em balança analítica e medida das dimensões com o auxílio de um paquímetro. Então, pela relação entre massa e volume calculou-se a densidade aparente.

3.6.4 Resistência à compressão (RC)

Para a realização do ensaio de compressão foi utilizado o equipamento de Marca Shimadzu, modelo AG-X, com uma distância entre os pontos de apoio de 50 mm e velocidade de ensaio $5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Para o auxílio no ensaio foram utilizadas borrachas semirrígidas para evitar possíveis deslocamentos e

atritos localizados durante o ensaio, já que as espumas possuem superfícies irregulares. Esse procedimento também foi utilizado por Torquato *et al.* (2014) e Ramalho (2012).

Figura 3.11- Ensaio de compressão



Fonte: Própria (2016).

3.6.5 Análise microestrutural das espumas cerâmicas

Foram realizadas microscopias óticas das espumas cerâmicas, utilizando um Microscópio Ótico da Innovation Beyond Imagination, modelo USB Digital Microscope com taxa de ampliação de 20X à 800X.

Para análise da porosidade e distribuição dos poros, as imagens obtidas pela câmera da marca Sony modelo NEX-5N foram transformadas em escala de cinza e binarizadas utilizando-se o software CHIMERA 4.2.

CAPÍTULO IV
Resultados e Discussão

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

4.1.1 Composição química das matérias-primas

A Tabela 4.1 apresenta a composição química das matérias-primas argila, alumina e do resíduo de vidro de lâmpada.

Tabela 4.1 – Composição química das matérias-primas utilizadas

MATÉRIAS-PRIMAS	CONCENTRAÇÕES EM PESO (%)								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	P ₂ O ₅	Outros
Argila	57,4	37,3	0,8	0,2	1,4	1,2	-	-	1,6
Alumina	0,5	99,3	-	0,06	0,03	-	-	-	0,1
Resíduo de Vidro de Lâmpada	65,0	4,3	1,1	5,3	0,1	-	19,5	0,9	3,9

Fonte: Própria (2014).

Pelos resultados apresentados na Tabela 4.1, verifica-se que a argila apresentou composição rica em sílica e alumina, com teores muito inferiores de óxidos de titânio, cálcio e potássio (TiO₂, CaO, K₂O), típica da argila *ball clay*.

A alumina eletrofundida apresentou predominância de óxido de alumínio em sua composição (99,3%), tendo apenas traços dos outros óxidos (SiO₂, CaO e Fe₂O₃) que estão associados às impurezas presentes nas matérias-primas para produção da alumina eletrofundida. Os valores corroboram os obtidos por Menezes *et al.* (2010).

O resíduo de vidro de lâmpada apresentou 65% de SiO₂; 4,3% de Al₂O₃ e percentual de óxido de cálcio (CaO) de 5,3% e sódio (Na₂O) de 19,5%, sendo estes teores característicos de vidro soda-cal. Observa-se que os principais componentes presentes no resíduo são o óxido de silício (SiO₂), óxido de sódio (Na₂O), óxido de cálcio (CaO), tal como reportado na literatura, porém em percentuais diferentes. O óxido de fósforo (P₂O₅), é proveniente provavelmente,

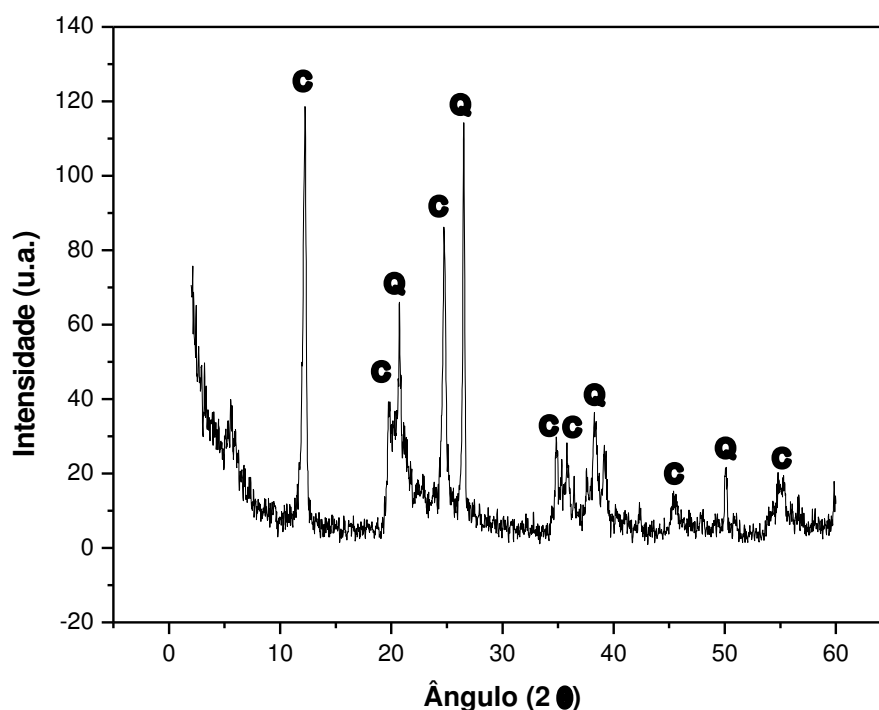
do pó branco que reveste o tubo da lâmpada fluorescente que é a base de fosfato de cálcio (BRANDÃO *et al.*, 2011)

4.1.2 Difração de raios-X (DRX)

A difração de raios-X foi realizada a fim de identificar as fases cristalinas presentes em cada matéria-prima utilizada na pesquisa. A identificação das fases foi realizada com o auxílio da lei de Bragg e das tabelas encontradas em Santos (1992) e pelas cartas 46-1045 e 89-6538, obtidas pelo equipamento em que foi realizada a análise.

As Figuras 4.1, 4.2 e 4.3 apresentam os difratogramas da argila, alumina e do resíduo vítreo, respectivamente.

Figura 4.1 - Difratograma de raios-X da argila

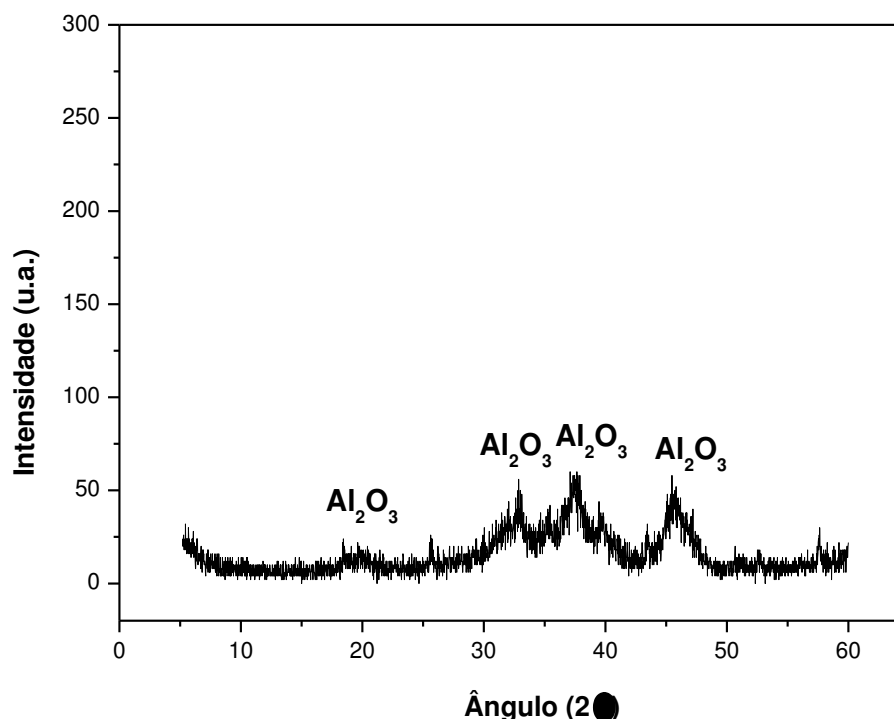


Fonte: Própria (2014).

No difratograma da argila, ilustrado na Figura 4.1, foram verificados picos característicos da caulinita com distâncias interplanares de 7,10, 4,43, 3,54, 3,32 e 2,32 Å, assim como de quartzo com distâncias interplanares de

3,34Å e 10,36 Å. Estes resultados corroboram com Albers *et al.* (2012) que também realizaram caracterização por difração de raios- X na argila.

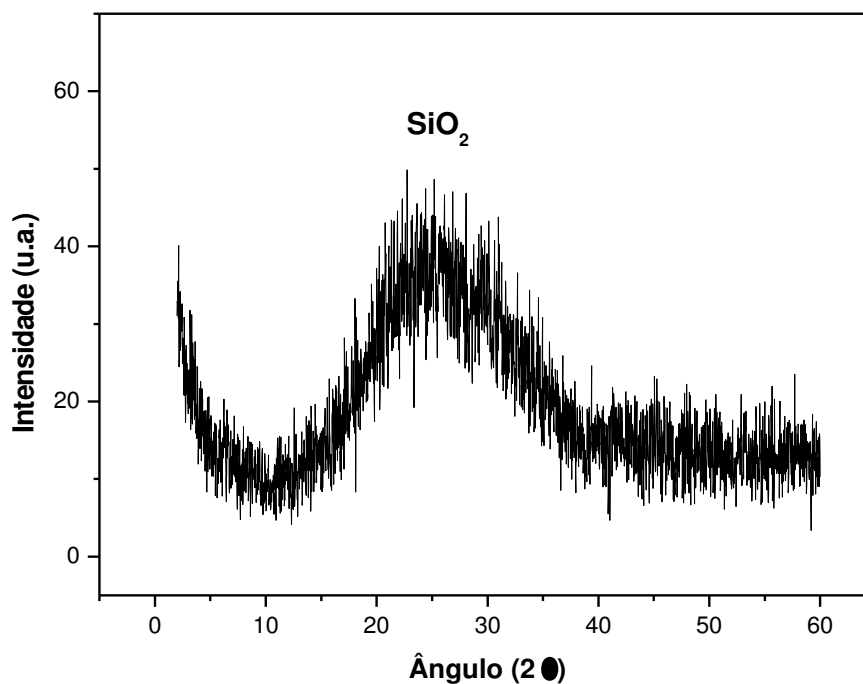
Figura 4.2 - Difratoograma de raio-X da alumina



Fonte: Própria (2014).

Pela Figura 4.2, que representa difratograma obtido da alumina, se evidencia a alumina calcinada do tipo α , com predominância da fase cristalina Al_2O_3 , esse tipo de alumina também foi utilizado por Morais *et al.* (2013), para obtenção de espumas cerâmicas. Esse resultado já era esperado, uma vez que este material possui pureza de aproximadamente 99,33%, observado na análise de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDX), revelando que a Al_2O_3 caracterizou-se como a forma mais estável deste óxido. Esses resultados apresentados estão de acordo com os encontrados por Barbosa *et al.* (2010), que também utilizaram alumina para a fabricação de espuma cerâmica.

Figura 4.3 - Difratograma de raios-X do resíduo vítreo de lâmpada



Fonte: Própria (2014).

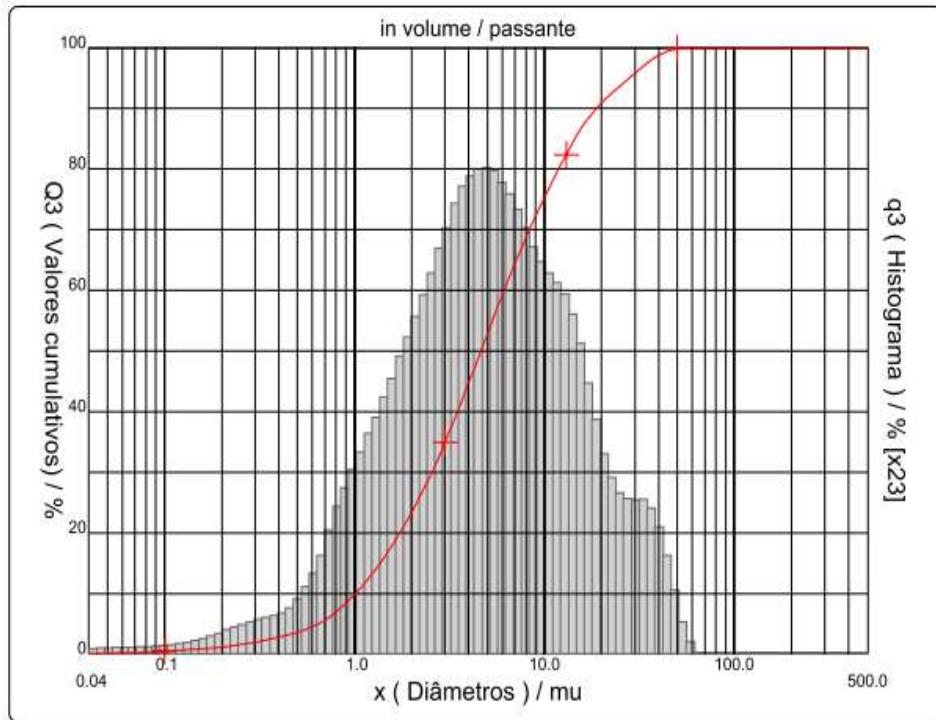
Por meio da curva difratométrica do resíduo de vidro de lâmpada esboçada na Figura 4.3, foi possível observar que não há presença de fases cristalinas, tendo em vista tratar-se de material amorfo. Nota-se apenas uma banda em torno de 25° que é proveniente das pequenas organizações cristalográficas devido à presença de sílica na amostra, confirmando os estudos realizados por Kruger (2013) e Vu *et al.* (2011), que verificaram uma banda em torno de 26° no difratograma do vidro plano.

4.1.3 Análise granulométrica (AG)

Diversas propriedades dos materiais cerâmicos estão associados ao empacotamento das partículas que os constituem, e um dos fatores que influenciam esse empacotamento é a distribuição granulométrica das matérias-primas utilizadas na massa formulada.

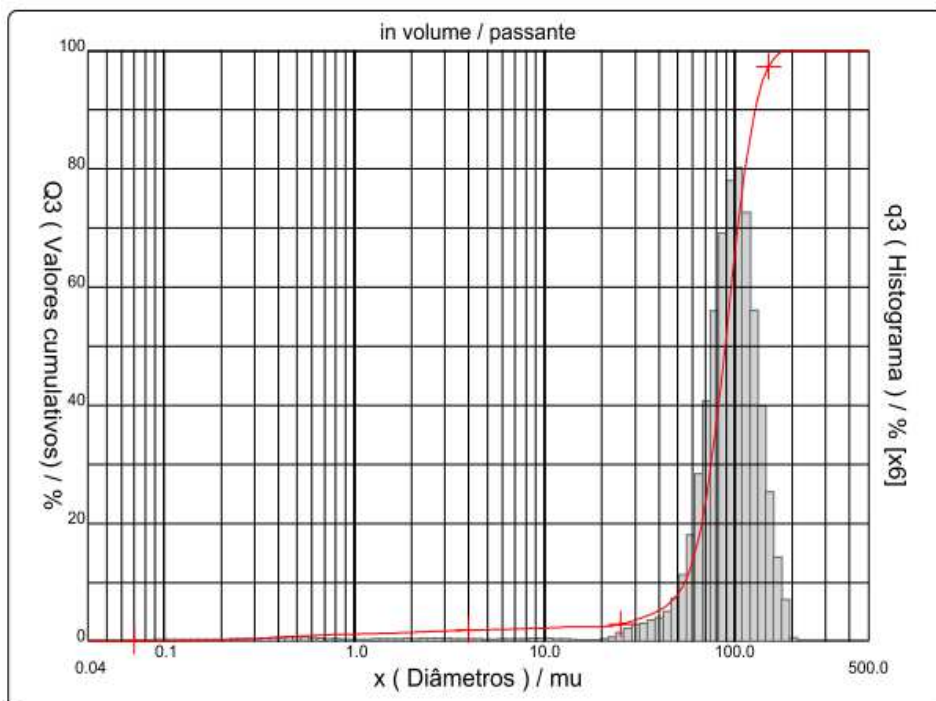
Nas Figuras 4.4, 4.5 e 4.6 e na Tabela 4.4 são apresentados os valores de distribuição granulométrica da argila, alumina e do resíduo vítreo respectivamente.

Figura 4.4 - Curva granulométrica da argila



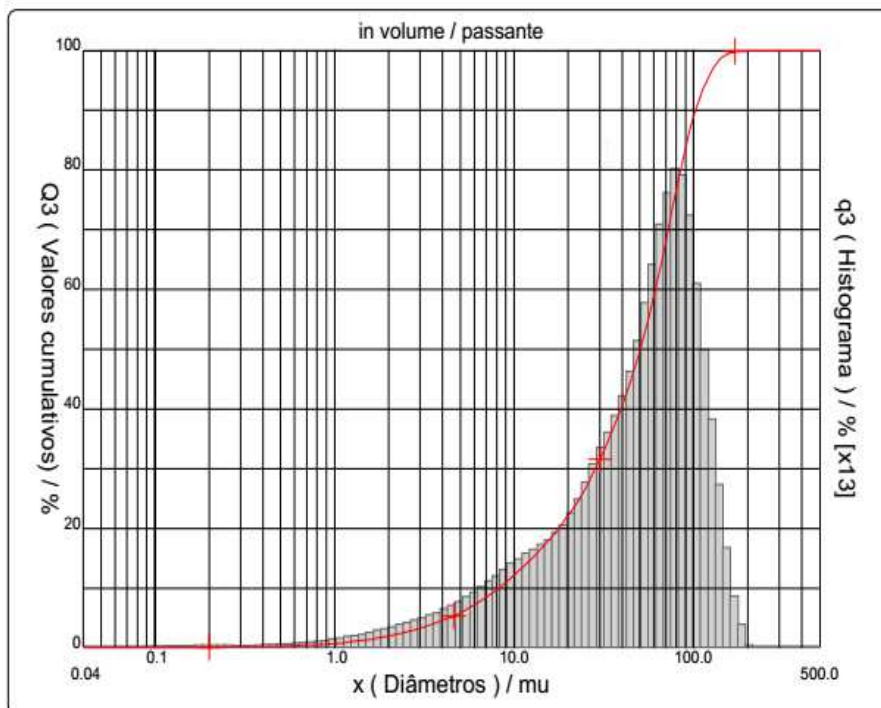
Fonte: Própria (2014).

Figura 4.5 – Curva granulométrica da alumina eletrofundida



Fonte: Própria (2014).

Figura 4.6 - Curva granulométrica do resíduo vítreo de lâmpada



Fonte: Própria (2014).

Tabela 4.2 Distribuição granulométrica das matérias-primas

Amostras	Finos ($x < 2\mu\text{m}$)	Médios ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Grossos ($x > 20\mu\text{m}$)	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)	D_m (μm)
Argila	23,4	67,5	9,1	1,0	4,6	18,8	7,8
Alumina	1,5	0,9	97,5	54,4	88,8	127,6	89,3
Resíduo de Vidro de Lâmpada	1,9	20,2	79,8	8,2	50,4	66,2	102,7

Fonte: Própria (2014).

Os resultados indicam que a argila apresenta comportamentos de fração granulométrica em que a maior parte das partículas tem tamanhos entre $2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$ e mostraram curva do tipo bimodal com diâmetro médio de $7,8\mu\text{m}$, $D_{10} = 1,0\mu\text{m}$, $D_{50} = 4,6\mu\text{m}$ e $D_{90} = 18,8\mu\text{m}$ respectivamente (Figura 4.4 e Tabela 4.2.), esse comportamento também foi verificado por Reis (2014).

A análise da alumina, Figura 4.5 e Tabela 4.2, apresentou diâmetros $D_{10} = 54,4\mu\text{m}$, $D_{50} = 88,8\mu\text{m}$ e $D_{90} = 127,6\mu\text{m}$. Observa-se que esta matéria-prima revelou frações mais grosseiras quando comparadas com a argila e a curva apresenta uma faixa granulométrica mais estreita, também verificado por Passos e Rodrigues (2016).

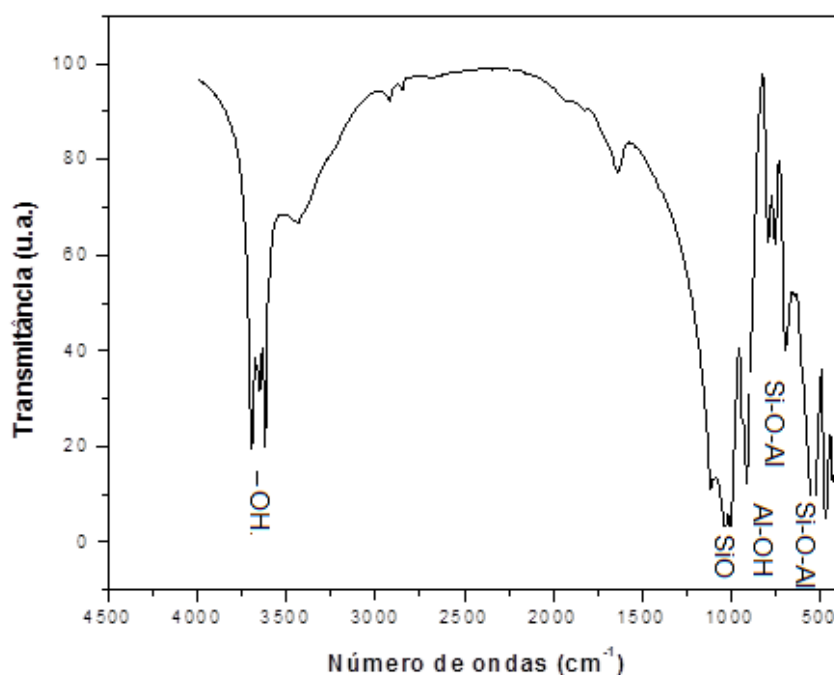
A Figura 4.6 apresenta a curva de distribuição granulométrica das partículas do resíduo de vidro de lâmpada. Nota-se que a curva mostra característica monomodal, sendo $D_{10} = 3,4 \mu\text{m}$, $D_{50} = 25,4 \mu\text{m}$ e $D_{90} = 66,2 \mu\text{m}$. A amostra analisada apresentou maiores percentuais de partículas com diâmetros acima de $20 \mu\text{m}$, os resultados corroboram os obtidos por Pocorny *et al.* (2008).

Com o estudo granulométrico é possível verificar que a alumina e o resíduo de vidro plano apresentam diâmetro médio bem superior ao da argila. Observa-se uma larga distribuição, o que irá contribuir para um bom empacotamento de partículas, proporcionando provavelmente boas propriedades mecânicas ao produto final (CASTRO e PANDOLFELLI, 2009).

4.1.4 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

As Figuras 4.7, 4.8 e 4.9 apresentam os espectros no infravermelho da argila, alumina e resíduo vítreo respectivamente.

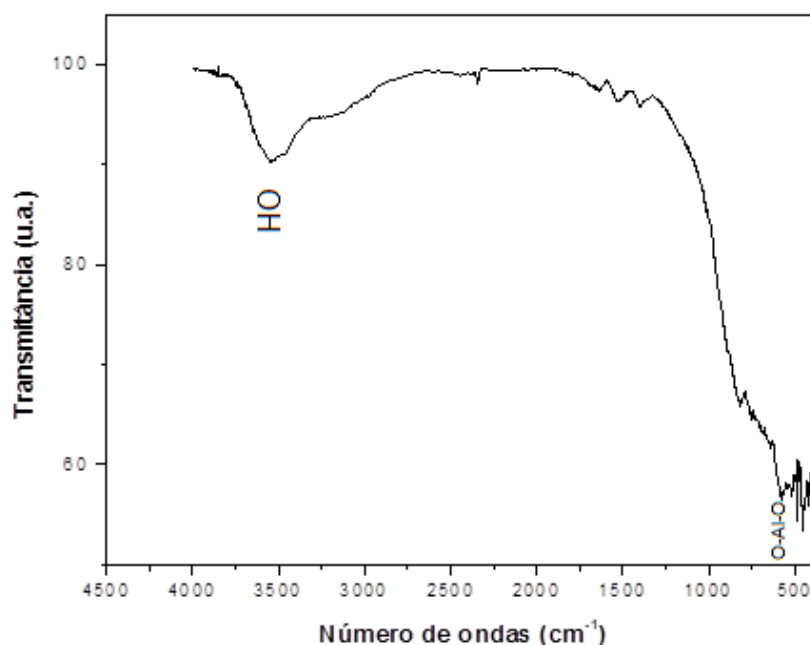
Figura 4.7– Espectro no infravermelho da argila.



Fonte: Própria (2016).

Observa-se na Figura 4.7 uma banda entre 4000 e 3500cm^{-1} , que pode ser atribuída à deformação axial de grupos — OH. Foram encontrados picos de estiramento assimétrico, os quais, de acordo com SANTOS *et al.* (2002), são característicos do grupamento SiO em 1042cm^{-1} , bem como vibrações de deformação Al-OH em 916cm^{-1} e vibrações Si-O-Al em 796 e 524cm^{-1} , respectivamente.

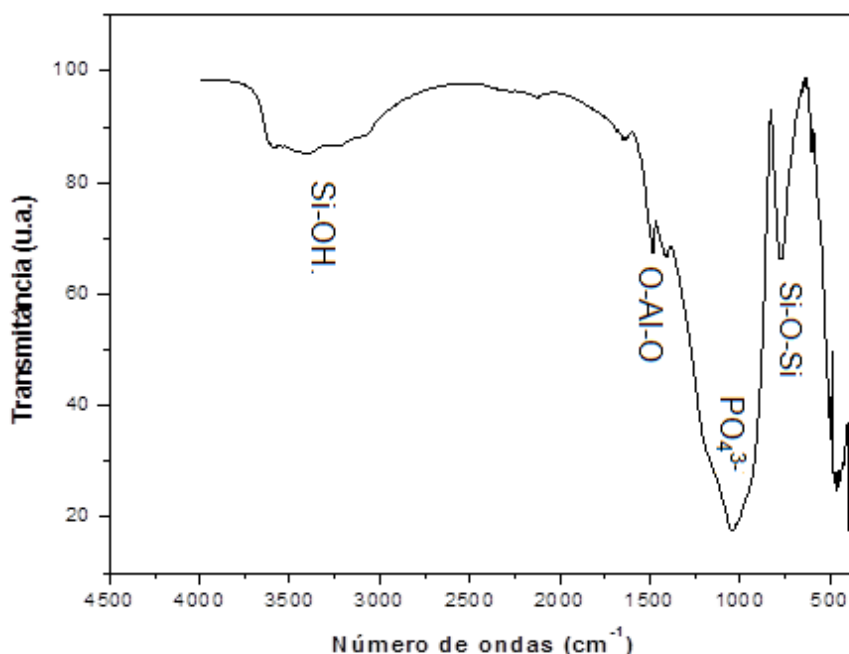
Figura 4.8 – Espectro no infravermelho da alumina.



Fonte: Própria (2016).

Analisando a Figura 4.8, pode-se perceber uma pequena banda na região de 3.800 a 3.500cm^{-1} que pode ser atribuída à deformação axial de grupos — OH. São observadas bandas entre 500 e 900cm^{-1} , correspondentes às frequências vibracionais das ligações O-Al-O, segundo Hernandez e Gonzalez (2002), Salem *et al.* (2014). As bandas presentes a 740 e 530cm^{-1} , largas e fracas, são características de frequências do Al^{3+} em coordenação tetraédrica (AlO_4). Na região entre 640 e 450cm^{-1} surgem bandas características de alumina octaédrica (AlO_6).

Figura 4.9 – Espectro no infravermelho do vidro.



Fonte: Própria (2016).

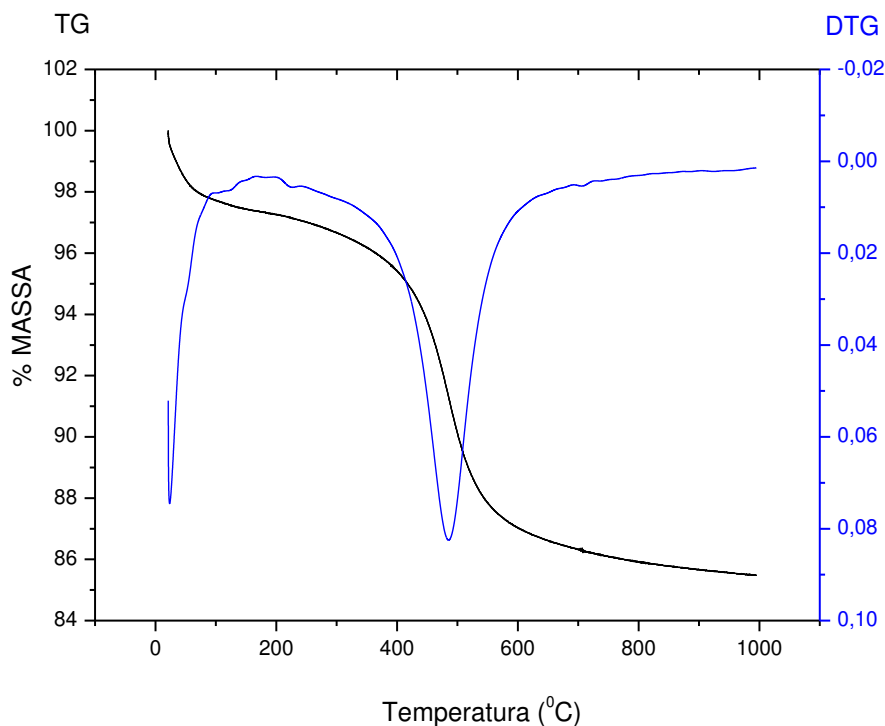
Na Figura 4.9, pode-se observar uma banda larga na região entre 3.800 e 3.000 cm^{-1} , representativa de grupos Si-OH. Apresenta-se, também, uma banda intensa em 1.075 cm^{-1} , que pode ser atribuída à presença de grupos fostato (PO_4^{3-}), de acordo com Weinand (2009) e com composição química (Tabela 4.1) que revelou a presença deste óxido no resíduo vítreo. Na região entre 1.650 cm^{-1} e 1.400 cm^{-1} surgem bandas de pequena intensidade que indicam a presença de grupos funcionais da alumina, do tipo Al-O-Al. Visualizam-se bandas entre 750 cm^{-1} e 955 cm^{-1} , referentes à presença de vibrações de grupos Si-O-Si (FONSECA, 2010).

4.1.5 Comportamento térmico das matérias-primas

Durante a queima do corpo cerâmico ocorre uma série de transformações em função das matérias-primas utilizadas na composição, tais como: perda de massa, desenvolvimento de novas fases cristalinas, formação de fase vítrea, entre outros. Portanto, é de fundamental importância o estudo das análises térmicas dos materiais utilizados para espuma cerâmica, pois em função deste estudo térmico é possível conhecer as diferentes características das matérias-primas em função da temperatura de queima.

As Figuras 4.7 até 4.10 apresentam as curvas termogravimétricas e suas derivadas (TG/DTG), das matérias-primas argila, alumina, resíduo de vidro de lâmpada e da espumas de poliuretano utilizado no processamento pelo método da réplica para obtenção da espuma cerâmica.

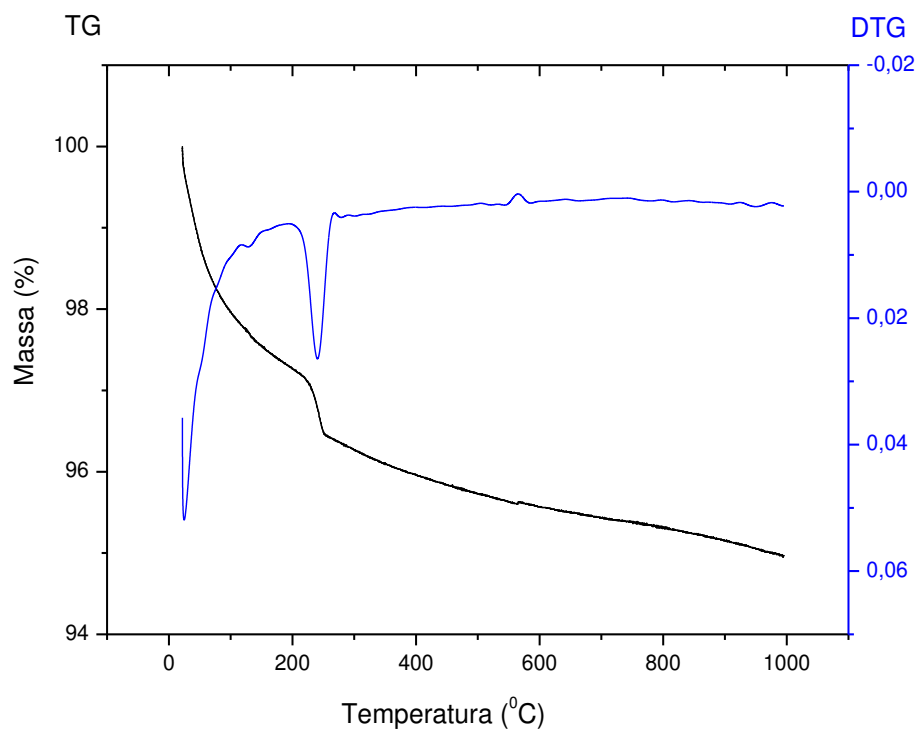
Figura 4.10 - Curvas TG/DTG da argila, obtidas com razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio



Fonte: Própria (2014).

A Figura 4.10 que apresenta as curvas TG/DTG da argila, podem-se observar duas etapas de perda de massa. A primeira etapa, ocorreu entre a temperatura de 80°C a 180°C , que é explicado pela perda de massa da amostra decorrente da eliminação de água livre que ocorre a temperaturas inferiores a 200°C . Na segunda etapa, entre as temperaturas de 200°C e 1000°C , ocorreu perda de massa, possivelmente devido à hidroxilas da estrutura dos argilominerais e matéria orgânica. Esses valores estão em consonância com os obtidos por Dutra e Pontes (2002).

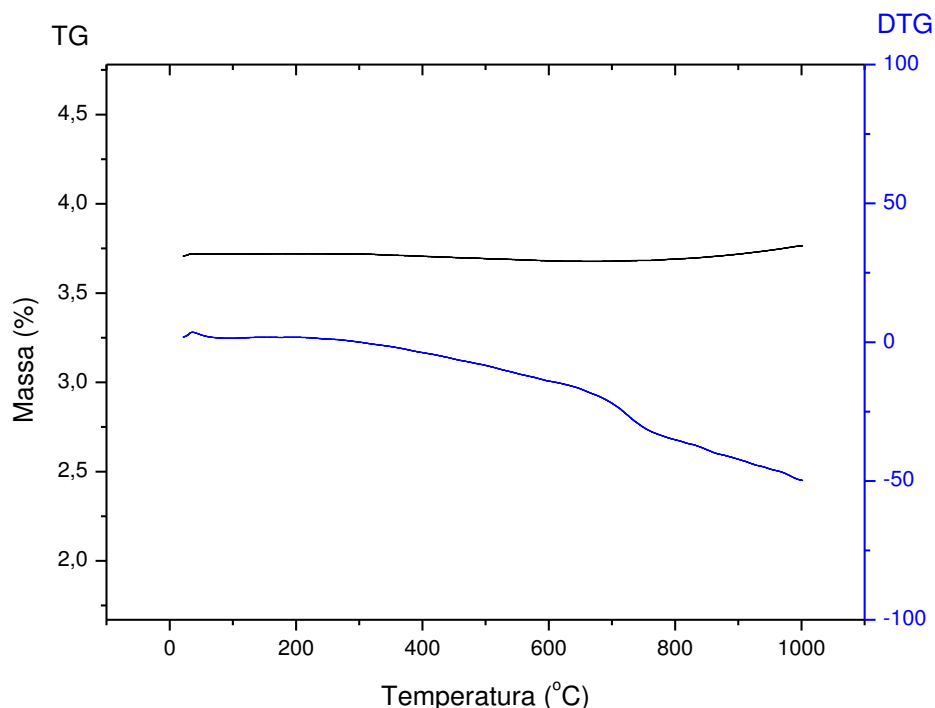
Figura 4.11 - Curvas de TG/DTG da alumina eletrofundida, obtidas com razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio



Fonte: Própria (2014).

Na Figura 4.11, que representa as curvas de TG/DTG da alumina, é possível verificar que entre 140 a 190°C, aproximadamente, houve uma perda de massa ocasionada pela perda OH, ratificando os resultados obtidos no espectro de infravermelho da alumina que verificou presença desse grupo na região de 3.800 a 3.500cm^{-1} . Entre 200°C e 250°C houve perda de massa devido à desidroxilação do hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$), formando óxido de alumínio (Al_2O_3), fenômeno, também confirmado no espectro de infravermelho (Figura 4.8). Esses valores corroboram os obtidos por Sartor (2006) e Silva (2010), que afirmaram que o hidróxido de alumínio decompõe-se em alumina entre 200-250°C

Figura 4.12 - Curvas de TG/DTG do resíduo de vidro de lâmpada, obtidas à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio



Fonte: Própria (2014).

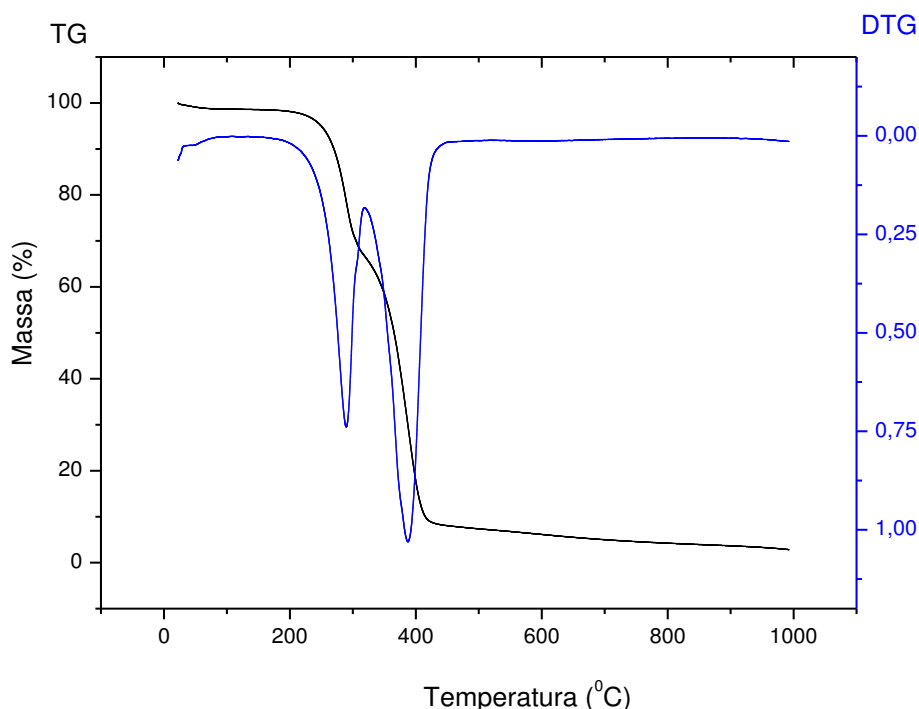
Por intermédio da Figura 4.12 que apresenta os resultados da análise termogravimétrica (TG) e a derivada da termogravimetria (DTG) do resíduo de vidro de lâmpada, foi possível identificar que não há perda de massa significativa no intervalo de temperatura estudado. Há apenas uma declinação observada a partir de 700°C , que corresponde à faixa de amolecimento do vidro (fusão), esses dados são compatíveis com os apresentados na literatura para os tipos de vidro sodo-cálcicos, variando de 700 a 1000°C . Esses valores corroboram os identificados por Ribeiro (2007) e Barbosa *et al.* (2010).

Esse resultado também está de acordo com a análise química que indica a ausência de carbonatos, sulfatos, matéria orgânica e argilominerais, também verificado por Albuquerque *et al.* (2006).

Também se fez necessário avaliar o comportamento térmico da espuma de poliuretano, através das curvas de termogravimetria e derivada da termogravimetria. Esse ensaio auxilia na escolha da taxa de aquecimento e patamares de queima da cerâmica porosa, para que no instante da queima consiga-se uma completa degradação da espuma de poliuretano e mantenha-

se a estrutura cerâmica, com a menor quantidade de trincas e defeitos. Para isso foi analisada a curva TG/DTG, representada na Figura 4.13.

Figura 4.13 - Curvas de TG/DTG da espuma de poliuretano, obtidas à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio

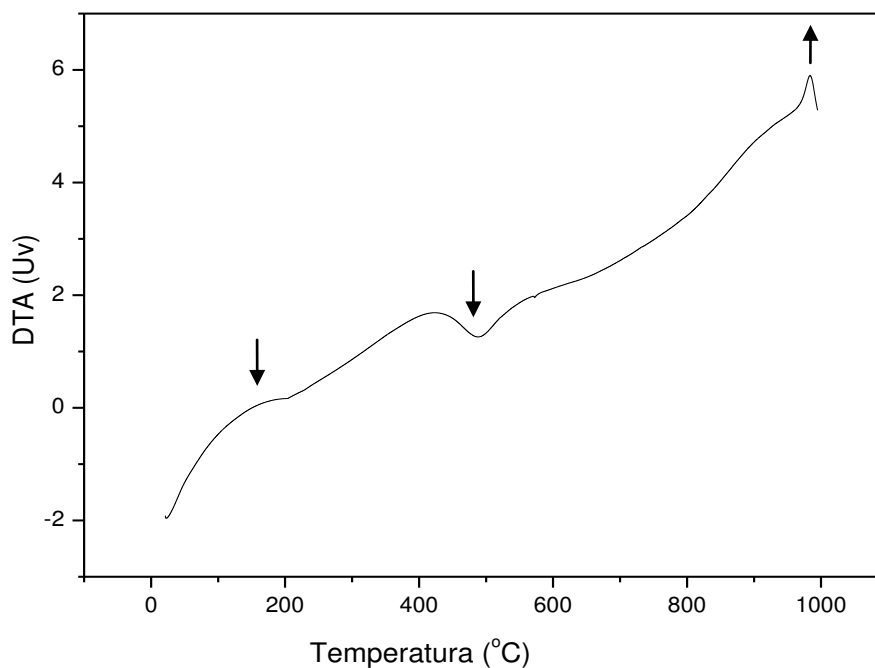


Fonte: Própria (2014).

Na curva TG/DTG apresentada na Figura 4.13, observa-se que a degradação do poliuretano ocorreu em duas etapas de perda de massa numa faixa de 200°C a 450°C , sendo a primeira referente à perda de NH_3 e a segunda provavelmente da decomposição do CO_2 , CO . Esses valores corroboram com os de SOUSA *et al.* (2005) que determinaram que os produtos de decomposição do poliuretano são CO_2 , CO e NH_3 , principalmente. Com isso, é necessário que nesta faixa de degradação do poliuretano, a taxa de aquecimento seja lenta, para garantir que ocorra a total volatilização da espuma sem danificar a estrutura da espuma cerâmica.

As Figuras 4.14 a 4.16 apresentam as curvas de análise térmica diferencial da argila, da alumina, do resíduo de vidro de lâmpada, respectivamente.

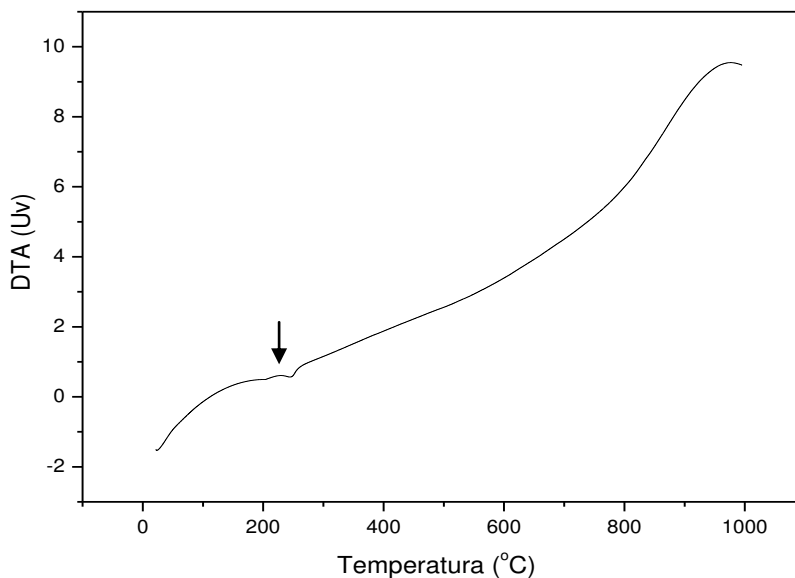
Figura 4.14 - Curva DTA da argila, obtida à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio



Fonte: Própria (2014).

A partir curva DTA da argila representada na Figura 4.14, foi possível verificar a presença de três eventos. O primeiro evento apresenta um pico endotérmico, que ocorreu entre as temperaturas de 150°C e 250°C com máximo em 200°C referente provavelmente à saída de água livre, o segundo evento é caracterizado por um pico endotérmico, entre 400°C e 600°C e máximo em 500°C , provavelmente associados à desidroxilação do material analisado e o terceiro evento, com máximo na temperatura de 990°C , que refere-se à nucleação de mulita. Esses valores corroboram com os resultados obtidos na TG/DTG (Figura 4.10) e com os obtidos por Sousa (2005).

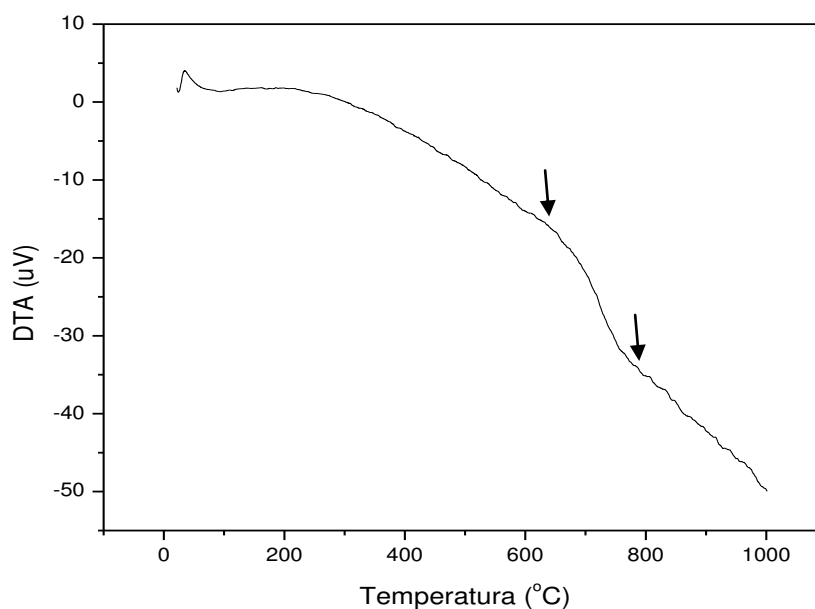
Figura 4.15 - Curva DTA da alumina, obtida à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ em atmosfera de nitrogênio



Fonte: Própria (2014).

Como pode ser observado a partir da análise térmica diferencial (Figura 4.15), houve um evento apresentado por um pico endotérmico, em torno de 280°C , que pode corresponder à decomposição de $\text{Al}(\text{OH})_3$, verificado na TG/DTG da alumina discutido na Figura 4.8. De acordo com Moraes (2012), o $\text{Al}(\text{OH})_3$ se decompõe no intervalo de temperatura entre 200°C e 250°C .

Figura 4.16 - Curva DTA do resíduo de vidro de lâmpada, obtida à razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio



Fonte: Própria (2014).

Pela Figura 4.16 que representa a curva do DTA do resíduo de vidro lâmpada foi possível observar picos endotérmicos característicos das transições térmicas do vidro, o primeiro ocorreu na temperatura de aproximadamente 600°C , referente à temperatura de transição vítrea (T_g) e o segundo em torno de 800°C representando a temperatura de fusão (T_m) do vidro. Esses valores corroboram com os identificados por Ribeiro (2007).

Segundo Morais *et al.* (2013) essa faixa de amolecimento (T_m) é importante na adição do resíduo em cerâmica, pois seu efeito pode proporcionar melhoria nas propriedades físicas e mecânicas em decorrência do fechamento dos poros, isso devido à temperatura do vidro ser compatível com as temperaturas cerâmicas.

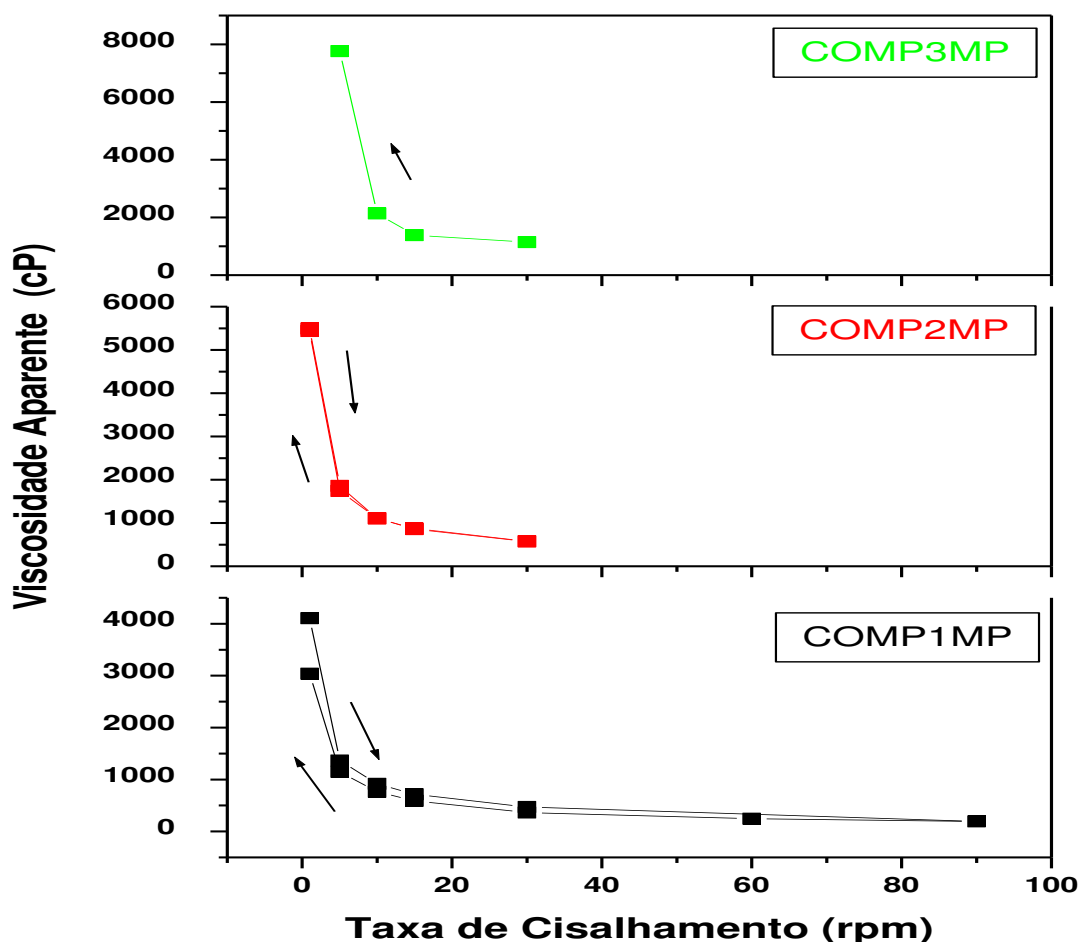
4.2 PROPRIEDADES REOLÓGICAS DAS SUSPENSÕES CERÂMICAS

A Figura 4.17 apresenta a curva da viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento das três composições padrões, denominadas COMP1MP, COMP2MP e COMP3MP. Para a construção do gráfico foi utilizada a barbotina com $0,8\text{mL}\cdot 100\text{mL}^{-1}$ de suspensão cerâmica, pois com essa quantidade de defloculante, foi possível obter a leitura de valores mais elevados de viscosidade aparente.

Na Figura 4.17 observa-se que todas as suspensões apresentam comportamento pseudoplástico, ou seja, a viscosidade aparente diminui à medida que a taxa de cisalhamento aumenta, característica necessária para esta pesquisa. Pois, segundo Studart (2006) e YAO *et al.* (2006) no preparo de espumas cerâmicas pelo método da réplica é necessário a busca da viscosidade adequada para impregnação da suspensão cerâmica na espuma polimérica.

Por conseguinte, suspensões que apresentam comportamentos necessários para recobrir o molde polimérico com eficiência são aquelas que apresentam características pseudoplásticas.

Figura 4.17 – Curva da viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento das três composições padrões



Fonte: Própria (2015).

Evidencia-se também que a composição 3 apresenta viscosidade superior às composições 1 e 2 em toda a faixa da taxa de cisalhamento analisada. Esse comportamento deve ser decorrente do teor superior de partículas grossas presentes na alumina, já que nesta composição utilizou-se uma maior quantidade de alumina em sua formulação. Esse comportamento na viscosidade aparente também foi observado por Mundstock *et al.* (2010) e Falk *et al.* (2014).

O comportamento de pseudoplasticidade é alcançado utilizando aditivos como argilas, sílica coloidal em combinação com agentes dispersantes convencionais (STUDART *et al.*, 2006).

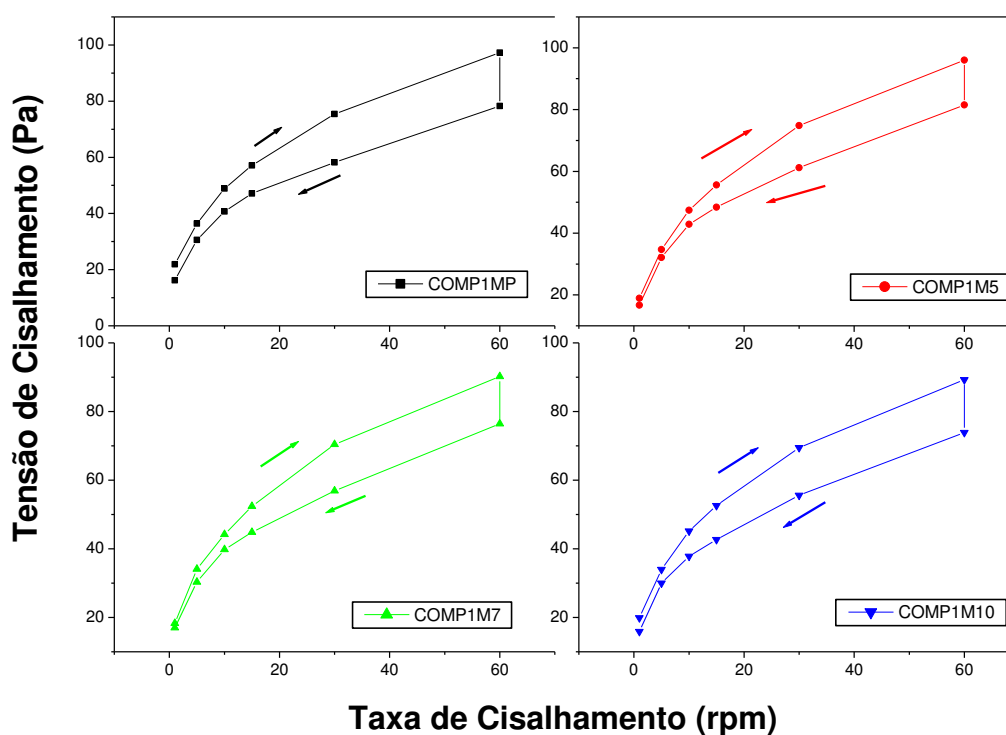
Na Figura 4.17, foi possível verificar que com uma menor quantidade de argila, a COMP3MP, também é pseudoplástica. Porém, sua viscosidade foi tão

elevada que não foi possível a aferição dos valores no ensaio de viscosidade, com as características de taxa de cisalhamento e *spindle* utilizados.

Portanto, a COMP3MP mostrou-se inadequada para a utilização do método da réplica, que exige uma suspensão suficientemente fluida para ser parcialmente removida quando passada pelos rolos e o polímero seja apenas recoberto pela suspensão e não preenchido, logo, esta composição foi descartada da pesquisa. Esse comportamento também foi verificado por Voigt *et al.* (2012), que buscavam preparar espumas de alumina pelo método da réplica.

A Figura 4.18, representa as curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento, com variação do tempo de leitura de 30 segundos, para composição 1 padrão (COMP1MP) e com a adição de 5%, 7% e 10% de vidro (COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10), com adição de silicato de sódio de $1\text{mL}\cdot 100\text{mL}^{-1}$ de suspensão cerâmica.

Figura 4.18 – Curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento da composição 1 com e sem resíduo vítreo

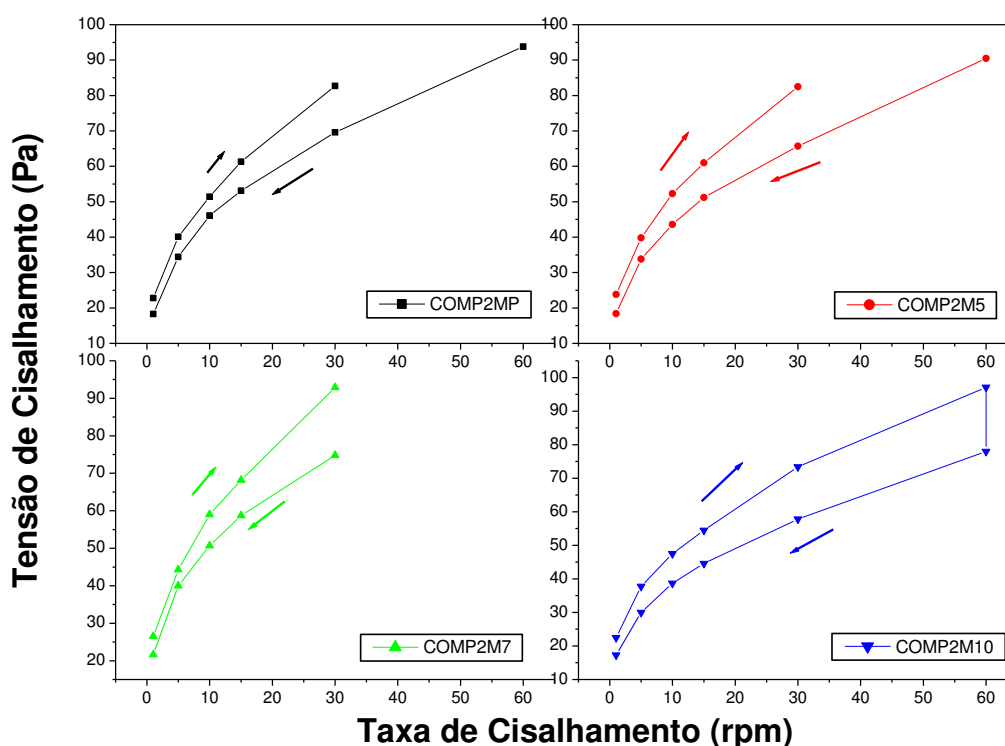


Fonte: Própria (2015).

Esse desempenho está relacionado provavelmente a mudanças estruturais do fluido como: quebra de aglomerados, deformação de partículas, presença aditivos e orientação das partículas em direção ao fluxo (BOTELLA *et al*, 2005 e LEE *et al*, 2009) .

A Figura 4.19, ilustra as curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento com variação do tempo de leitura de 30 segundos para a composição 2 padrão e com a adição de 5%, 7% e 10% de vidro com adição de silicato de sódio de $1\text{mL}\cdot 100\text{mL}^{-1}$ de suspensão cerâmica.

Figura 4.19 – Curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento da composição 2 com e sem resíduo vítreo



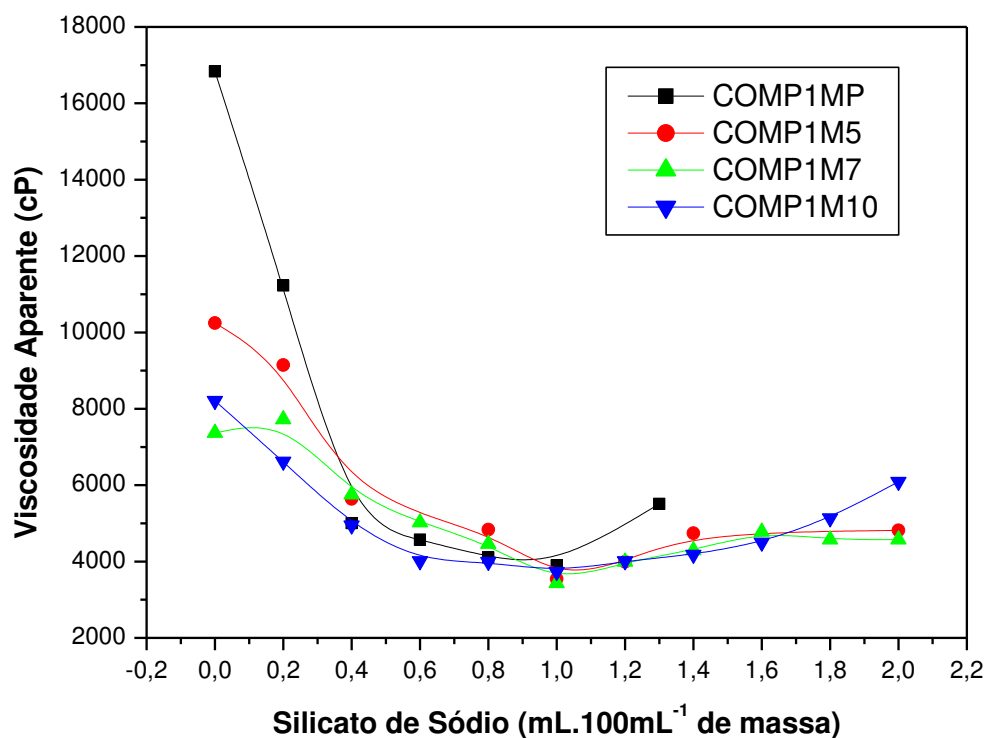
Fonte: Própria (2015).

Pode-se observar na Figura 4.19, comportamento semelhante ao da Figura 4.18, verificando que também trata-se de um fluido tixotrópico. Torna-se possível a utilização dessa composição no método da réplica, pois segundo

Falk *et al* (2014) e Yao (2006) suspensões que apresentam comportamentos necessários para recobrir o molde polimérico com eficiência são os que apresentam características pseudoplásticas.

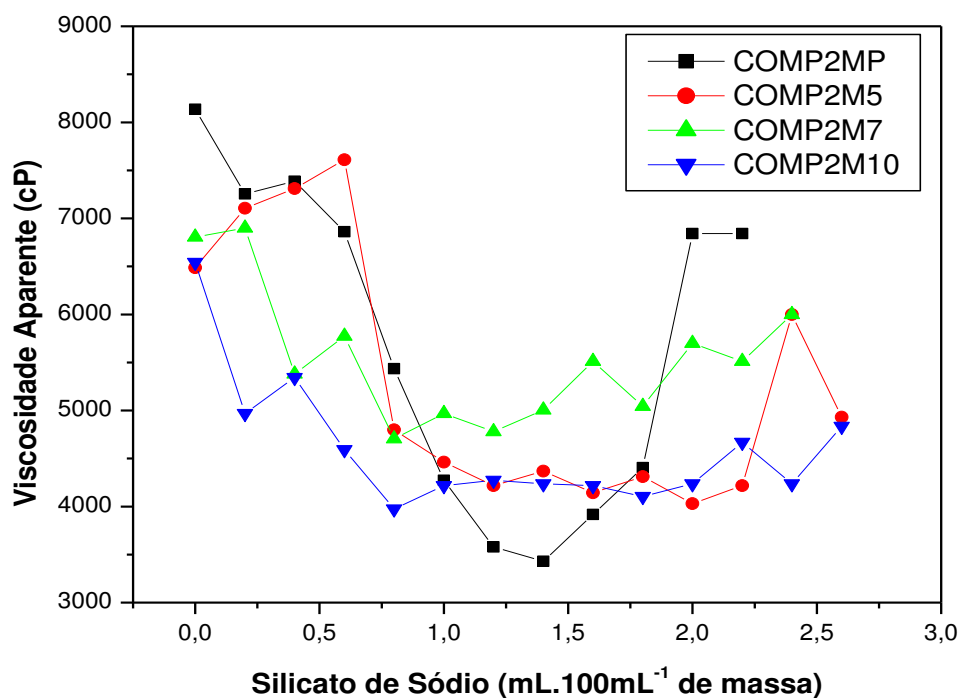
As Figuras 4.20 e 4.21, apresentam as curvas de viscosidade aparente em função da quantidade de defloculante das suspensões COMP1MP e COMP2MP, com 5%, 7% e 10% de resíduo de vidro de lâmpada com taxa de cisalhamento de 10rpm, respectivamente.

Figura 4.20 - Viscosidade aparente em função da quantidade de defloculante da Composição 1, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2015).

Figura 4.21 - Viscosidade aparente em função da quantidade de defloculante da Composição 2, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2015).

A viscosidade de suspensões varia de acordo com a fração volumétrica de sólidos, como para esse estudo utilizou-se 72% de frações sólidas, trata-se de viscosidades elevadas. Pois quanto maior a fração de sólidos, maior a viscosidade de uma suspensão (SACKS, 1995 e HIMENZ, 1986).

Por meio das curvas de viscosidade aparente em função da quantidade de defloculante adicionado (Figuras 4.20 e 4.21) também pode-se observar que houve uma diminuição da viscosidade aparente com a adição do defloculante. Trata-se provavelmente da estabilização do tipo eletroestérica, em que o defloculante é adsorvido em torno das partículas, formando uma camada. Os íons resultantes da dissociação somam o efeito estérico e a barreira eletrostática, que mantém as partículas afastadas umas das outras devido à diminuição da força de atração e desaglomeração das estruturas formadas. Isso faz com que a viscosidade aparente diminua, resultando em misturas trabalháveis num intervalo de tempo necessário à sua aplicação (CESCONETO *et al.*, 2014).

A Tabela 4.3 apresenta a viscosidade mínima e quantidade ideal de defloculante para as suspensões cerâmicas.

Tabela 4.3 – Viscosidade mínima e quantidade de defloculante ideal para as suspensões cerâmicas.

COMPOSIÇÕES	Viscosidade Mínima (cP)	Defloculante (mL)
COMP1MP	3899	1,0
COMP1M5	3543	1,0
COMP1M7	3431	1,0
COMP1M10	3730	1,0
COMP2MP	3431	1,4
COMP2M5	4218	1,4
COMP2M7	4780	1,2
COMP2M10	3974	0,8

Fonte: Própria (2015).

Na COMP1MP a partir de 1,2 mL de defloculante, o silicato de sódio começa a agir de forma contrária aumentando sua viscosidade, provavelmente seu excesso produz reaglomeração devido à interação do dispersante com a água e interações interfaciais e hidrodinâmicas, enquanto na COMP2MP, a massa padrão só chega na sua viscosidade mínima com a adição de 1,4 mL de silicato de sódio. Quando adiciona-se 5% e 7% de vidro na composição, esse valor diminui para 1,2 mL de defloculante, caindo ainda mais para composição com 10% de vidro, que com 0,8 mL de silicato de sódio a barbotina já atingiu a viscosidade mínima (Tabela 4.3).

Diante deste contexto, verifica-se a importância de aferir a viscosidade aparente e a partir das curvas obtidas visando restringir o ponto ótimo das composições estudadas para evitar uma suspensão com aglomeração.

Pode-se observar também na Tabela 4.3 que para a COMP1MP (60% de argila e 40% de alumina), é necessária uma menor quantidade de defloculante a ser utilizada na suspensão do que a COMP2MP (50% de argila e 50% de alumina). Esse comportamento pode estar associado ao fato de que a

COMP1 possui uma maior quantidade de argila, que além de possuir um diâmetro médio de partículas menor do que a alumina (Tabela 4.2), sua plasticidade ajuda em relação ao comportamento pseudoplástico.

Com esse estudo foi possível conhecer teores referentes a viscosidade ótima das suspensões, assegurando uma ideal dispersão do sistema e evitando possíveis desvios na adição de defloculante que comprometesse a defloculação do sistema.

Vale salientar a importância do estudo reológico nas suspensões cerâmicas, mesmo quando há pequenas alterações em sua composição, pois com a adição do resíduo de vidro de lâmpada é necessária a alteração na quantidade de defloculante a ser utilizado.

4.3 PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS

















4.3.1 Variação da cor após a queima dos corpos de prova

A Tabela 4.4 apresenta os resultados da variação de cor dos corpos de espuma cerâmica da Composição 1, padrão e com 5%, 7% e 10% de resíduo vítreo em substituição da argila, em função da queima nas temperaturas de 1150°C, 1200°C, 1250°C e 1300°C.

Verifica-se na Tabela 4.4 que as cores dos corpos de prova, após a queima variam na tonalidade de creme escuro a creme claro, gradativamente com o aumento da temperatura de queima, mostrando que o aumento da temperatura ocasionou um clareamento na cor das peças.

Pode-se perceber, neste ensaio, que a adição do resíduo de vidro de lâmpada fluorescente, não modifica a cor do corpo de prova estudado, já que esse resíduo apresenta valores baixos de óxido de ferro, resultados obtidos na análise química das matérias-primas (Tabela 4.1), podendo ser classificada como cerâmica branca. Isto também foi verificado por Araújo *et al.* (2015), que estudaram a utilização de resíduo de vidro de lâmpada em massa de *grés* sanitário.









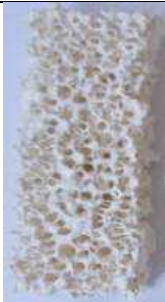



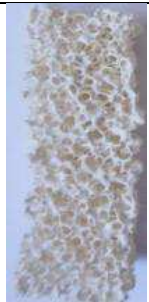



Tabela 4.4 - Variação da cor dos corpos de prova da composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10) nas temperaturas de queima estudadas

TEMPERATURA DE QUEIMA	COMP1MP	COMP1M5	COMP1M7	COMP1M10
1150°C				
1200°C				
1250°C				
1300°C				

Fonte: Própria (2016).

A Tabela 4.5 apresenta os resultados da variação de cor dos corpos de espuma cerâmica da Composição 2, padrão e com 5%, 7% e 10% de resíduo vítreo em substituição da argila, em função da queima nas temperaturas de 1150°C, 1200°C, 1250°C e 1300°C.

Tabela 4.5 - Variação da cor dos corpos de prova da composição 2 nas temperaturas de queima estudadas

TEMPERATURA DE QUEIMA	COMP2MP	COMP2M5	COMP2M7	COMP2M10
1150°C				
1200°C				
1250°C				
1300°C				

Fonte: Própria (2016).

Para Composição 2 (Tabela 4.5) observa-se que as cores das espumas cerâmicas variam de branco gelo a branco neve com o aumento da temperatura.

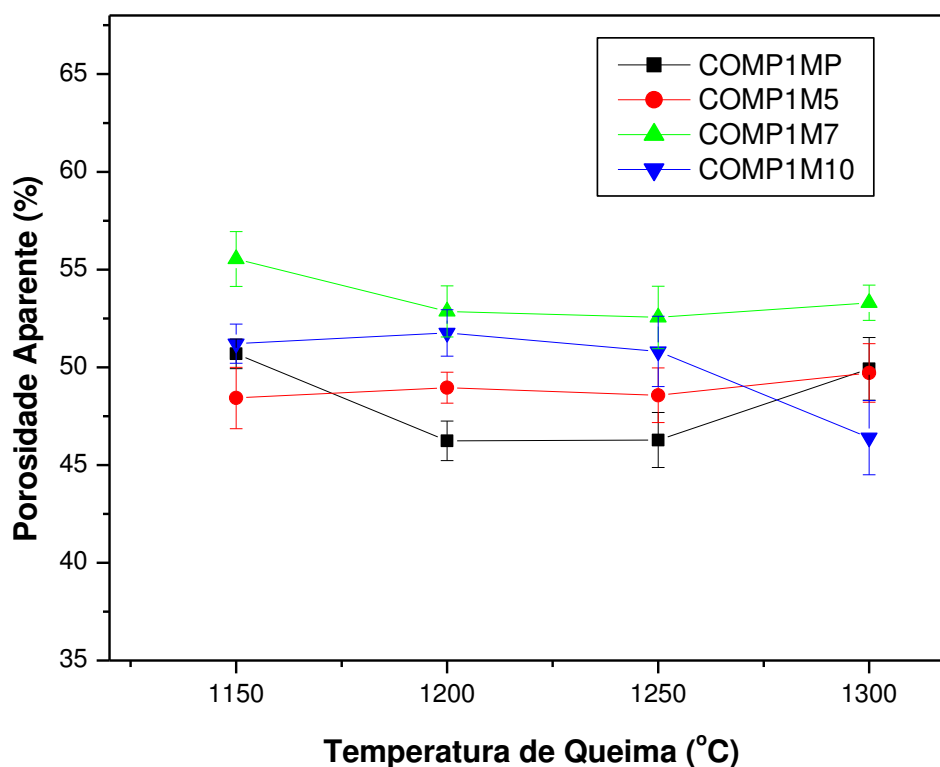
Com a adição do resíduo de vidro de lâmpada, não houve alteração na cor, devido a ausência de óxidos corantes nesse resíduo (Tabela 4.1).

Pode-se verificar, que as espumas cerâmicas da Composição 2, apresentam uma maior brancura devido a uma maior quantidade de alumina em sua composição, segundo Oliveira e Strecker (2012), uma das características dessa matéria-prima é conferir brancura ao material.

4.3.2 Porosidade Aparente

As Figuras 4.22 e 4.23 apresentam-se os resultados de porosidade aparente em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas das composições 1 e 2 respectivamente.

Figura 4.22 - Porosidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1 com e sem resíduo de vidro de lâmpada



Fonte: Própria (2016).

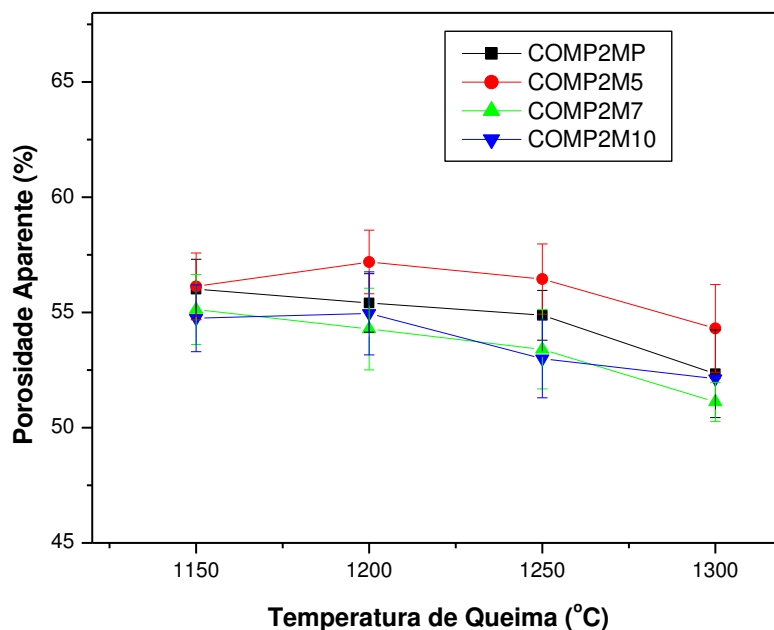
Observa-se que os resultados de porosidade aparente para os corpos cerâmicos obtidos a partir da composição 1, representados na Figura 4.22, com o aumento da temperatura de queima os corpos cerâmicos com 5% e 7% de resíduo vítreo (COMP1M5 e COMP1M7) permaneceram praticamente constantes em função da temperatura de queima, mostrando que as modificações estruturais e perdas ocorreram anteriormente às temperaturas estudadas, ou seja, atingiram a menor porosidade já na temperatura de queima de 1150 °C, fenômeno esse também observado por Romano e Pandolfelli (2006).

Em relação à variação na composição, observou-se que a massa padrão na temperatura de queima de 1150°C apresentava porosidade semelhante às composições com resíduo vítreo diminuindo essa porosidade nas temperaturas de 1200°C e 1250°C e acompanhando novamente na temperatura de 1300°C.

Verifica-se também que a composição com 10% de vidro (COMP1M10) apresentou menor porosidade na temperatura de 1300°C, provavelmente por apresentar maior quantidade de resíduo vítreo, ou seja, maior quantidade de óxido fundente, ocasionando a formação de uma fase líquida eficiente que pode agir preenchendo os espaços vazios deixados pela espuma polimérica causando essa redução na porosidade, comportamento também observado por Oliveira *et al.*, (2000).

Também pode-se observar que os corpos cerâmicos atingiram uma porosidade aparente na faixa de 46% a 56%, características dentro do esperado, já que as cerâmicas porosas obtidas pelo método da réplica, segundo Salomão e Brandi (2013), podem atingir níveis totais de porosidade aberta entre 40% a 95%.

Figura 4.23 - Porosidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2 com e sem resíduo de vidro de lâmpada



Fonte: Própria (2016).

A Figura 4.23 expõe os valores de porosidade aparente em função da temperatura de queima para os corpos cerâmicos obtidos a partir da composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10). Pode-se observar que para todas as composições, houve certa constância na porosidade aparente para as temperaturas de 1150°C e 1200°C, tendo em seguida uma diminuição da porosidade com o aumento da temperatura. Segundo Escardino *et al.* (2002), com o aumento da temperatura de sinterização, pode ocorrer uma diminuição da viscosidade da fase vítrea fazendo com que se fechem mais rapidamente alguns poros.

Em relação à adição de resíduo vítreo na composição, observa-se que as composições com 7% e 10% de resíduo vítreo (COMP2M7 e COMP2M10) apresentaram uma menor porosidade aparente, que pode estar relacionada com o aumento da quantidade de óxidos fundentes, averiguados no ensaio de EDX (Tabela 4.1), que pode ter reduzido a porosidade deixada pela espuma polimérica, fenômeno também observado por Araújo *et al.* (2015).

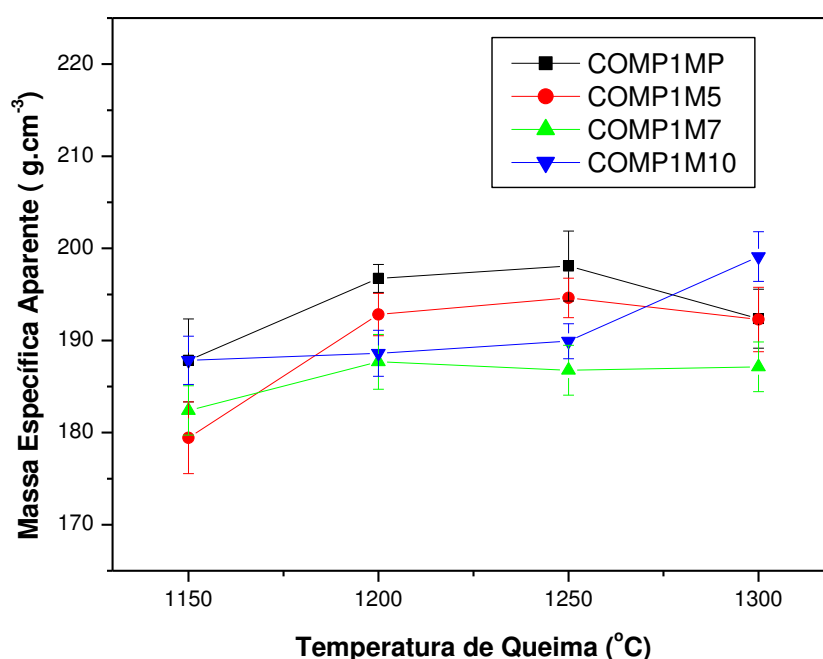
A porosidade obtida pelos corpos cerâmicos pelo método da réplica na temperatura final de queima, foi entre 53% e 56%, dentro da faixa pressuposta pela literatura, esses valores corroboram os de Romano e Pandolfelli (2006).

De acordo com a mudança da na composição e conseqüentemente na quantidade da alumina eletrofundida, ao analisar as Figuras 4.22 e 4.23, observam-se diferenças nas propriedades de porosidade aparente para as composições 1 e composições 2. Pode-se observar essas diferenças nas propriedades, desde a quantidade de defloculante utilizada em cada composição (Tabela 4.3). Isto pode estar associado à diferença na faixa granulométrica utilizadas nas duas composições (Tabela 4.2), que ocasionou um melhor empacotamento para os corpos cerâmicos derivados da composição 1 (TASKIRAN *et al.*, 2006), fazendo com que a adição de 5% e 10% à temperatura de 1300°C diminuísse a quantidade de poros deixados pela espuma polimérica.

4.3.3 Massa específica aparente

As Figuras 4.24 e 4.25 apresentam as curvas de massa específica aparente em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas das composições 1 e 2 respectivamente.

Figura 4.24 – Massa específica aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo

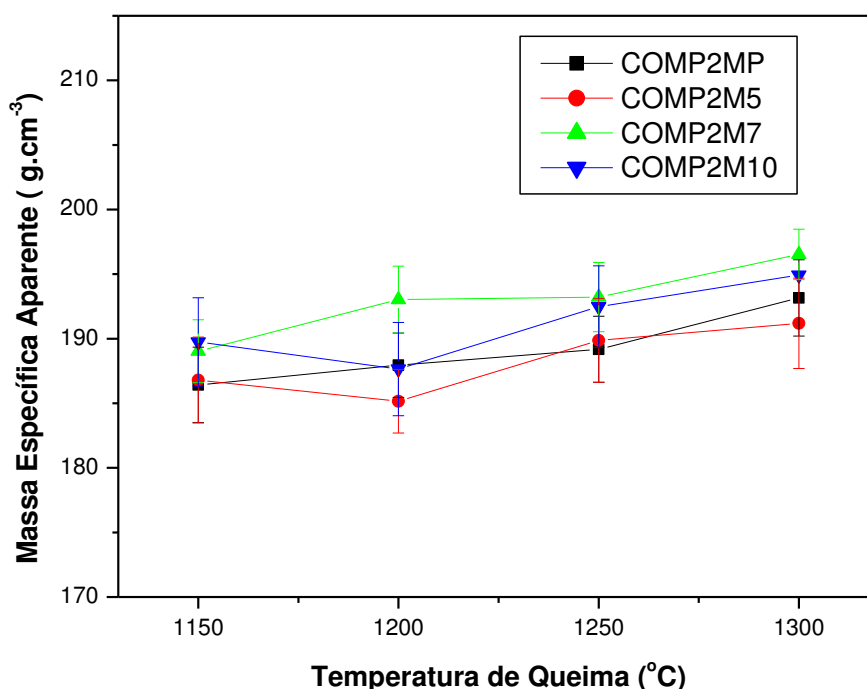


Fonte: Própria (2016).

Com o aumento da temperatura houve um pequeno aumento na massa específica aparente para todas as composições, exceto para COMP1MP na temperatura de 1300°C.

A massa específica aparente está diretamente ligada à porosidade aparente, então quanto menores esses valores, maiores os valores de massa específica aparente das peças queimadas. Esses valores corroboram os da Figura 4.22, que apresentou uma menor porosidade para as espumas cerâmicas com 10% de resíduo de vidro de lâmpada (COMP1M10).

Figura 4.25 – Massa específica aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2016).

Verifica-se na Figura 4.25 que com o aumento da temperatura de sinterização houve uma maior densificação, ou seja, um aumento na massa específica aparente, isso ocorre possivelmente devido à diminuição da

viscosidade fase líquida durante o processo de sinterização, facilitando na penetração nos poros existentes, densificando o material (MELO, 2006).

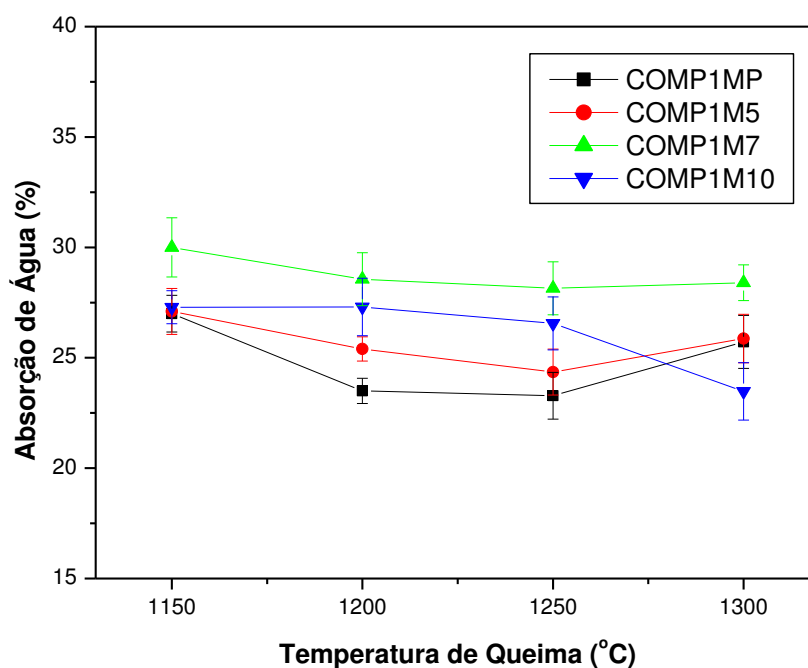
Para a composição 2, observa-se que os corpos cerâmicos com 7% e 10% de resíduo vítreo (COMP2M7 e COMP2M10) apresentaram maiores valores de massa específica aparente devido à presença de maior quantidade de óxidos fundentes em sua composição.

Quanto maior a densificação da peça durante a queima, menos vazios existirão e maiores serão suas massas específicas (SANTIS *et al.*, 2013; CARTER e NORTON, 2007). Portanto, os resultados obtidos no ensaio de massa específica aparente (Figuras 4.24 e 4.25) corroboram os resultados de porosidade aparente (Figuras 4.22 e 4.23) para ambas composições.

4.3.4 Absorção de água

Nas Figuras 4.26 e 4.27 mostram-se as curvas absorção de água em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas da composições 1 e 2 respectivamente.

Figura 4.26 – Absorção de água em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo

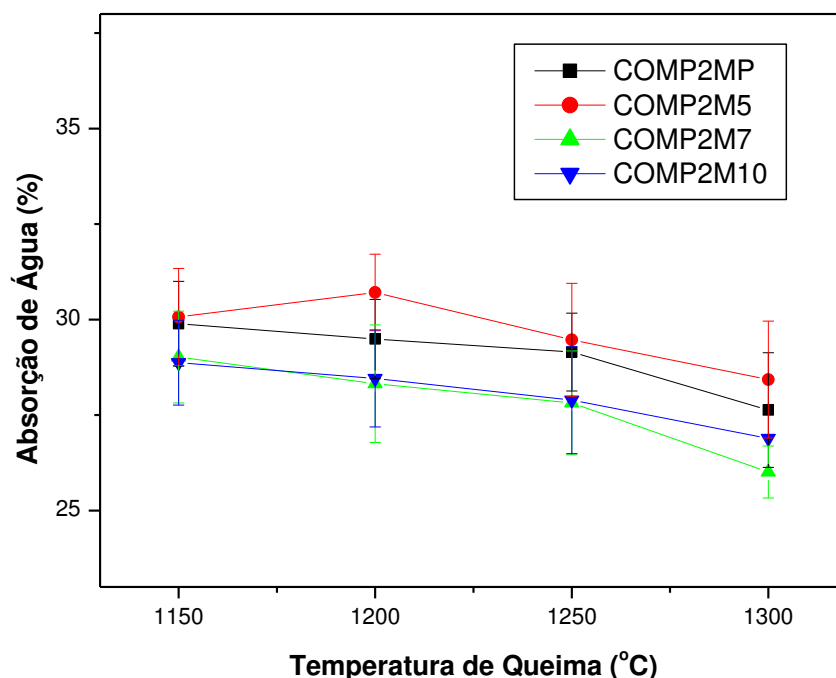


Fonte: Própria (2016).

A Figura 4.26 mostra que para a composição 1 a absorção de água apresentou-se basicamente constante para os corpos de prova com 5% e 7% de resíduo vítreo (COMP1M5, COMP1M7) em todas as temperaturas de queima. Esse comportamento pode ser explicado em função da característica do resíduo vítreo como soda-cal, apresentado na composição química na Tabela 4.1 e confirmado por Pianoro (2004).

Também observa-se que os valores de absorção de água (Figura 4.26) corroboram os de porosidade aparente (Figura 3.22) já que estas propriedades estão intrinsecamente relacionadas.

Figura 4.27 – Absorção de água em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2016).

Observa-se na Figura 4.27 que a absorção de água diminuiu com o aumento da temperatura de queima para todas as amostras estudadas no intervalo de 1150°C a 1300°C, podendo-se verificar também que o menor valor atingido foi na presença de um percentual de 7% de vidro (COMP2M7) em

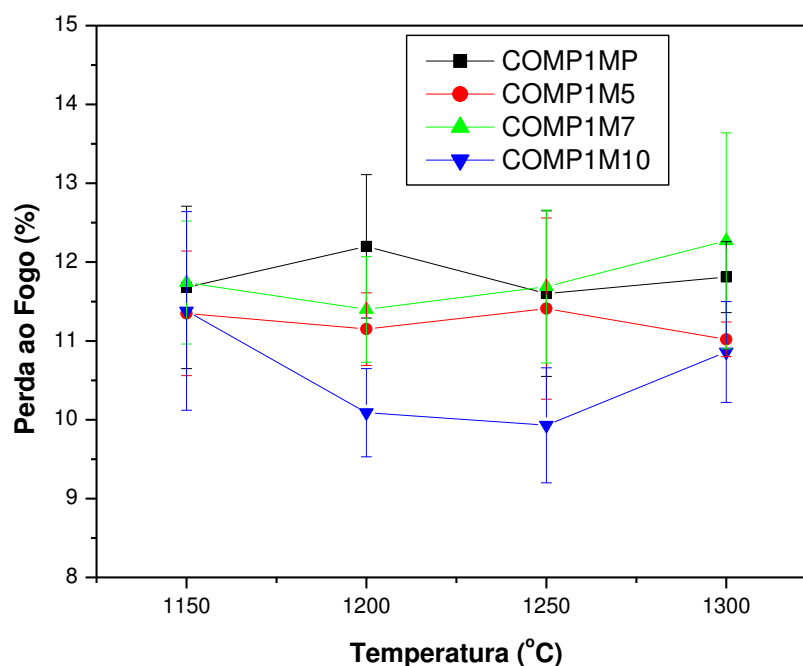
1300°C. Os resultados corroboram os de porosidade aparente apresentados na Figura 4.23.

Ao analisar-se as duas composições estudadas com a adição do resíduo vítreo, para os resultados de absorção de água, as espumas cerâmicas provenientes da composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10), tiveram absorção de água em torno de 23% a 30% e os derivados da composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10), apresentaram absorção de 26% a 30%. Assim como foi verificado no ensaio de porosidade aparente (Figura 4.22 e 4.23), os resultados para a composição 1 apresentaram-se mais satisfatórios, ou seja, houve um maior preenchimento dos espaços vazios deixados pela espuma polimérica.

4.3.5 Perda ao fogo

As Figuras 4.28 e 4.29 apresentam as curvas de perda ao fogo em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas da composição 1 e 2 respectivamente.

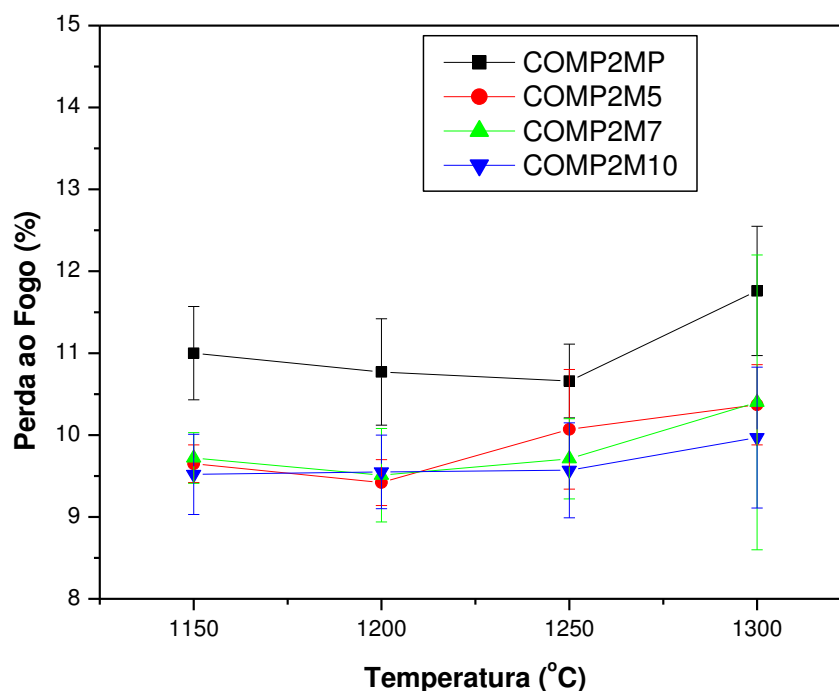
Figura 4.28 – Perda ao fogo em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2016).

Com a análise dos resultados de perda ao fogo para composição 1, observados na Figura 4.28, verifica-se que a adição do resíduo vítreo e o aumento da temperatura, dentro da faixa estudada, não alterou a proporção de perda ao fogo. Provavelmente porque as transformações químicas e físicas que ocorre no material quando submetidas temperatura já tinham ocorrido em temperaturas inferiores. Quanto à adição do resíduo vítreo, a massa com 10% de resíduo, apresentou uma menor perda ao fogo, devido a menor quantidade de argila presente na composição.

Figura 4.29 – Perda ao fogo em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2016).

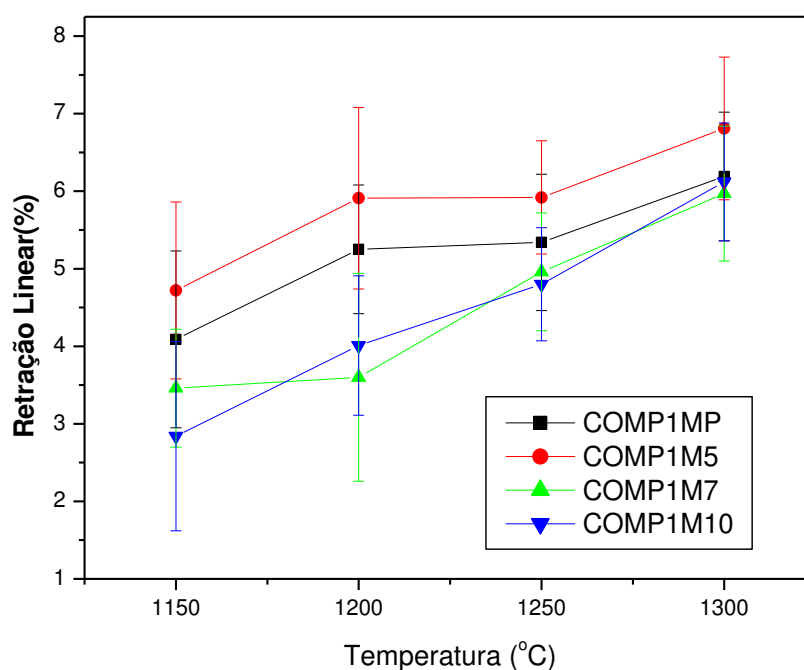
Em relação às Figura 4.28 e 4.29, verifica-se que em ambas composições a maior porcentagem de perda ao fogo está relacionada à massa padrão (COMP1MP, COMP2MP), provavelmente devido à maior quantidade de argila e menor quantidade de fundente na composição, esse comportamento também foi visto por Dutra e Pontes (2002). Observa-se na análise termogravimétrica da argila, Figura 4.10, uma grande perda de massa entre as

temperaturas de 200 e 800°C, possivelmente devido à perda de hidroxilas da estrutura dos argilominerais e matéria orgânica, enquanto na análise termogravimétrica do vidro, Figura 4.12, não houve perda de massa significativa.

4.3.6 Retração linear (RL)

As Figuras 4.30 e 4.31 exibem as curvas de retração linear em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas da composição 1 e 2 respectivamente.

Figura 4.30 – Retração linear em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo



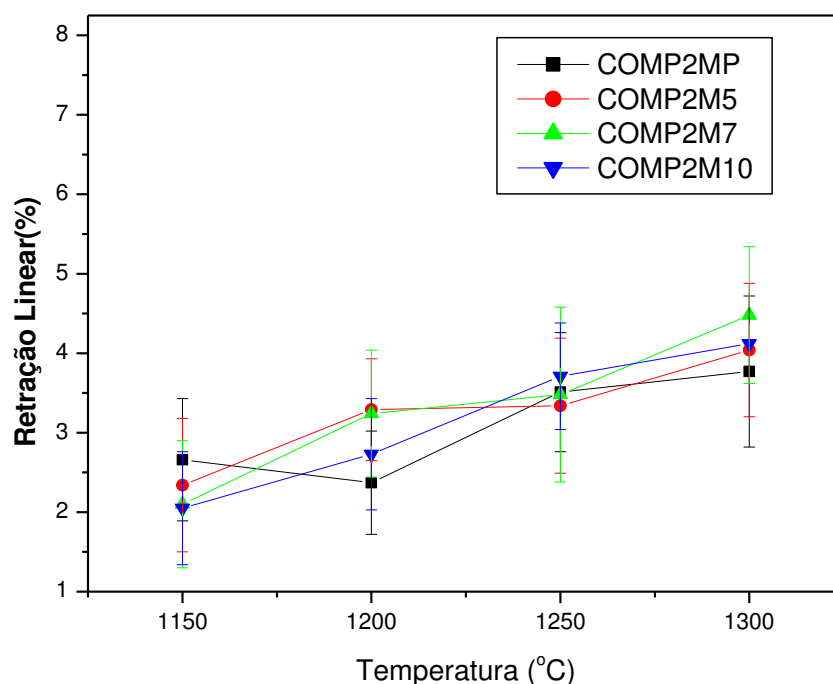
Fonte: Própria (2016).

Pela Figura 4.30, observa-se que para todos os corpos de prova derivados da composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7 e COMP1M10), ocorreu acréscimo da retração linear com o aumento da temperatura de queima, para todas as formulações. Esse comportamento é relacionado ao maior grau de sinterização com o aumento da temperatura,

provocado por mudanças físicas e redução do volume dos corpos de prova e pela perda de água (GOUVEIA e SPOSTOS, 2009).

Verifica-se que houve uma retração linear de 5% a 7% na temperatura de 1300°C para todas as composições. Mostrando valores de retração dentro do permitido para cerâmica porosa. Esses resultados corroboram com os de Galdino e Zavaglia (2012).

Figura 4.31 – Retração linear em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2016).

Observa-se na Figura 4.31, um aumento da retração linear com a temperatura de queima, esse comportamento pode ser atribuído à maior perda de massa destas composições com o aumento da temperatura de queima (Figura 4.28), devido à decomposição da caulinita e matéria orgânica, além da grande formação de fase líquida, também devido à presença de óxidos fundentes (VARELA *et al.*, 2009).

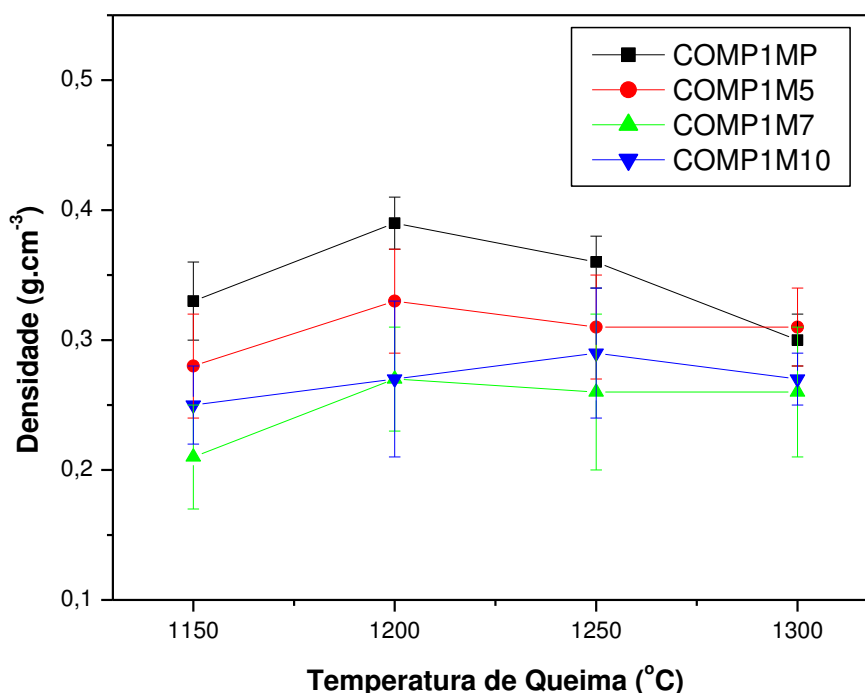
Os corpos de prova, provenientes da composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10), Figura 4.31, apresentaram retração linear em 1300°C, na faixa de 3% a 4,5%.

Pode-se averiguar que a retração linear para a composição 1 (Figura 4.30) foi maior que para composição 2 (Figura 4.31), isso pode estar relacionado com a maior quantidade de argila em sua composição, ocasionando maior perda ao fogo devido à presença de matéria orgânica, acarretando numa maior retração linear.

4.3.7 Densidade aparente (DA)

As Figuras 4.32 e 4.33 apresentam a densidade aparente em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas da composição 1 e 2 respectivamente.

Figura 4.32 – Densidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo

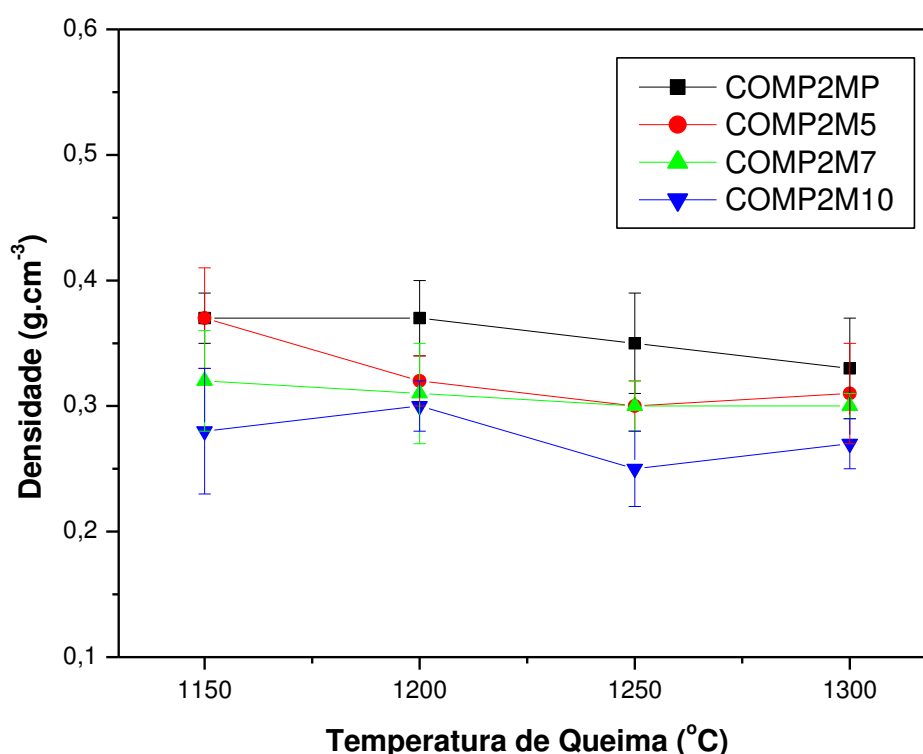


Fonte: Própria (2016).

Pode-se observar na Figura 4.32 que a adição do resíduo vítreo diminuiu a densidade aparente das espumas cerâmicas para Composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10). Esse comportamento confirma os obtidos no ensaio de porosidade aparente, Figura 4.22, confirmando a relação da densidade aparente com a porosidade do material.

Para a temperatura de queima de 1300°C, as espumas cerâmicas obtiveram densidade aparente próximas a 0,30g.cm⁻³, característica de cerâmica porosa celular. Esses valores corroboram os de Formanskia *et al.* (2007).

Figura 4.33 – Densidade aparente em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2016).

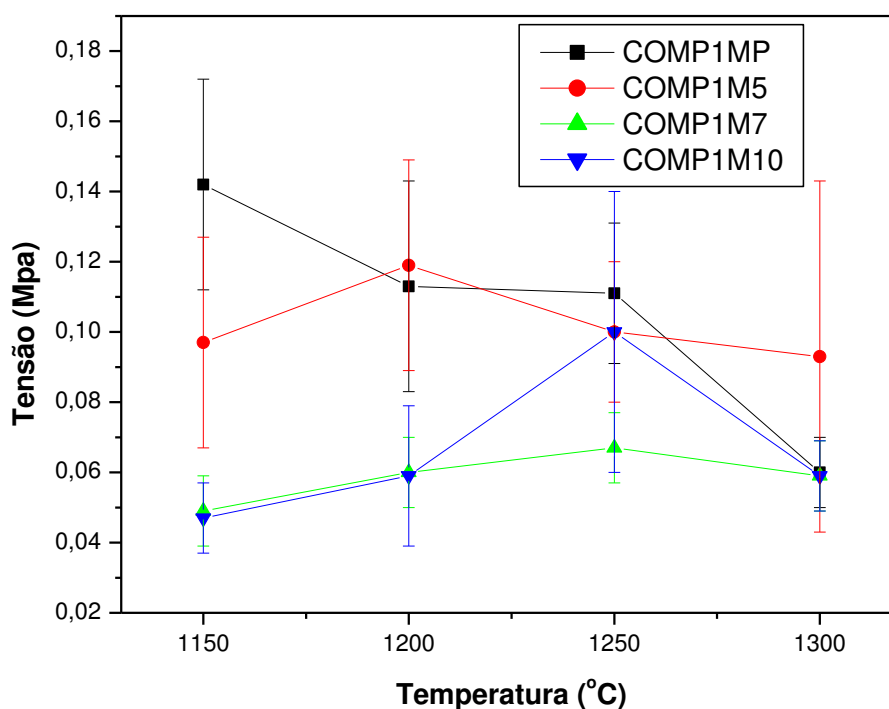
Para a composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10), observa-se que com o aumento da temperatura de queima quase não houve alteração na densidade relativa, ficando em torno de 0,35g.cm⁻³.

Também observou-se que a adição do resíduo vítreo diminuiu a densidade aparente da espuma cerâmica, provavelmente devido a uma maior quantidade de fundente, ocasionado uma maior retração nas paredes da espuma cerâmica e assim uma menor densificação.

4.3.8 Resistência à compressão

Nas Figuras 4.34 e 4.35, observam-se os valores de tensão máxima à compressão em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas da composição 1 e 2 respectivamente.

Figura 4.34 – Tensão máxima à compressão em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 1, com e sem resíduo vítreo



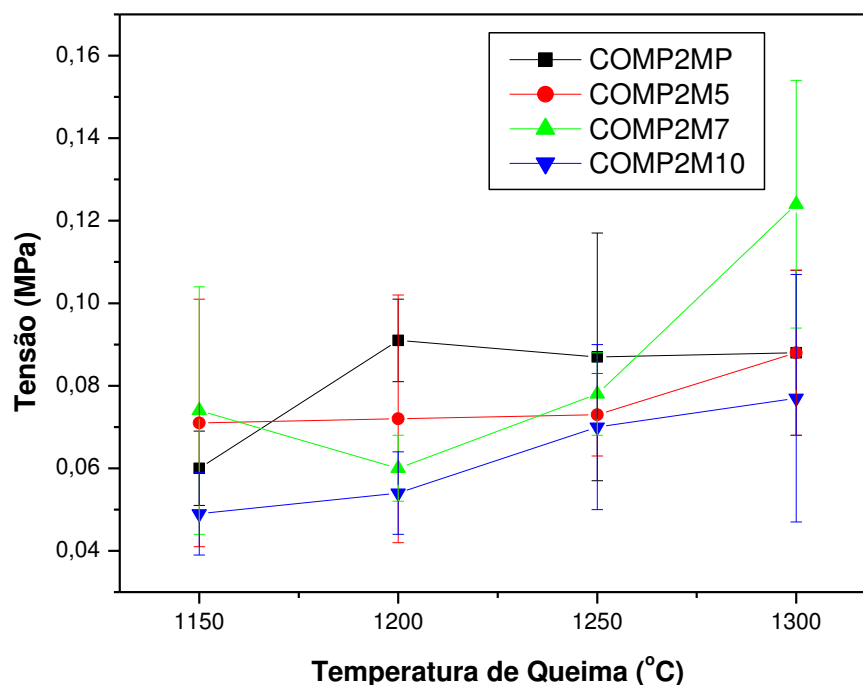
Fonte: Própria (2016).

Observa-se na Figura 4.34, que para as composições com 5% e 7% de resíduo vítreo (COMP1M5 e COMP1M7), não ocorrem mudanças na tensão máxima de compressão com o aumento da temperatura.

A resistência mecânica à compressão está diretamente ligada à espessura da parede dos poros, diante disto, observou-se uma diminuição destes valores à medida que a espessura da parede dos poros torna-se mais fina para a COMP1MP, esse fenômeno pode ser observado na Tabela 4.6 e também foi verificado por Formanski (2007).

Para a COMPMP10, houve um aumento na resistência com o aumento da temperatura até a temperatura de 1250°C, provavelmente devido ao aumento da quantidade de fase amorfa na temperatura de 1300°C, para esta composição não seria necessária uma maior temperatura de queima. Os valores de resistência à compressão ficaram em torno de 0,05 a 0,1MPa, esses valores corroboram os de Herrera *et al.* (2012).

Figura 4.35 – Tensão máxima à compressão em função da temperatura de queima dos corpos da Composição 2, com e sem resíduo vítreo



Fonte: Própria (2016).

Para a Composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10), Figura 4.35, houve um aumento da resistência à compressão com o aumento da temperatura de queima, provavelmente por não ocorrer

tanta retração das paredes por ter maior quantidade de alumina na composição. Isso pode ser verificado no gráfico de retração linear e densidade aparente Figuras 4.30 e 4.33.

Para essa composição, a COMP2M7 apresentou melhor resistência na temperatura de queima de 1300°C, com média de 0,12MPa.

Com relação à resistência à compressão, a Composição 2 apresentou valores inferiores aos da Composição 1, isso ocorreu provavelmente porque a Composição 1 tinha maior quantidade de argila, o que trouxe melhor plasticidade e conseqüentemente melhor impregnação da suspensão no poliuretano. Então mesmo com uma maior retração nas paredes dos poros da espuma cerâmica, apresentava camadas mais espessas do que os da Composição 2 (Tabelas 4.6 e 4.7), ocasionando maior resistência. Os valores de resistência, em todas as composições, apresentaram valores mais elevados que os obtidos por Arguello (2009), que utilizou a mesma espuma de poliuretano.

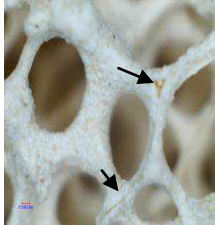
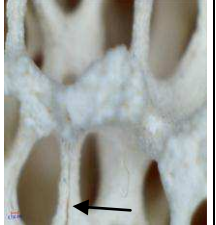
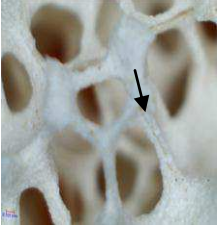
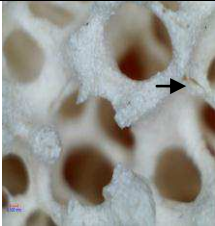
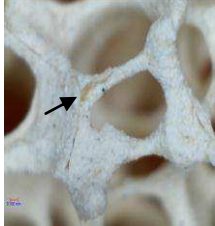
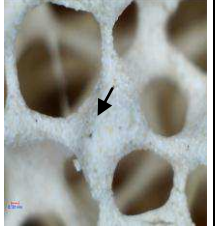
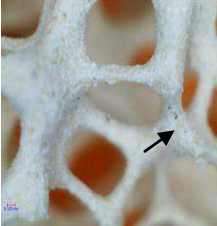
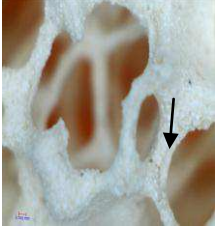
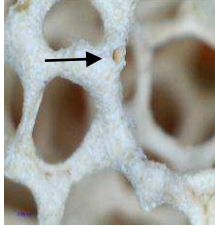
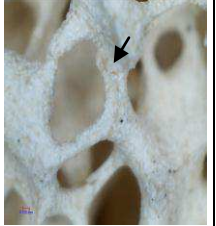
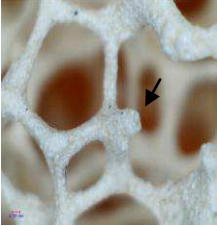
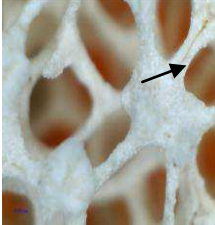
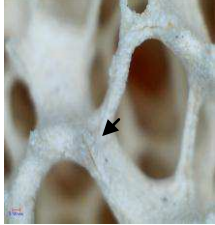
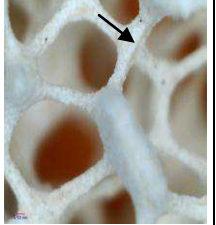
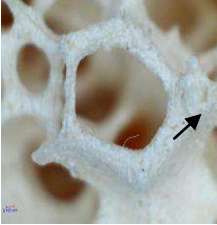
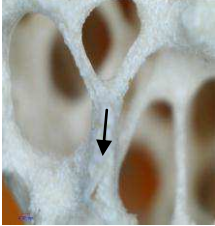
4.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

4.4.1 Microscopia ótica

As Tabelas 4.6 e 4.7 apresentam as imagens obtidas no microscópio ótico em função da temperatura de queima, das espumas cerâmicas da composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10) e da composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10) respectivamente, num aumento de 120X.

Pode-se observar às micrografias das espumas cerâmicas para composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10) nas temperaturas de 1150°C, 1200°C, 1250°C e 1300°C (Tabela 4.6), a presença células parcialmente fechadas, resultado do processo da réplica. Verifica-se também que as paredes da espuma cerâmica ficaram mais espessas que a do poliuretano (Figura 3.1), mostrando que houve uma boa impregnação da suspensão na espuma polimérica.

Tabela 4.6 – Imagens de microscopia óticas da Composição 1 com aumento de 120X

	TEMPERATURAS (°C)			
	1150	1200	1250	1300
COMP1MP				
COMP1M5				
COMP1M7				
COMP1M10				

Fonte: Própria (2016).

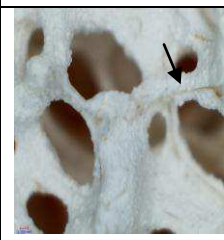

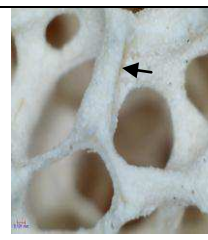
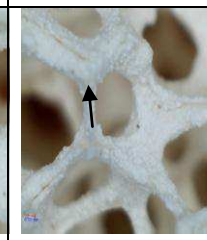
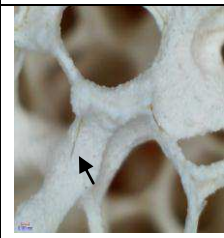
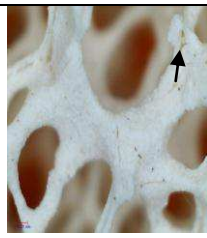
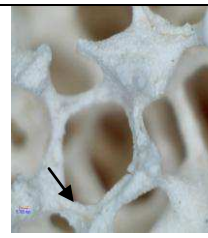
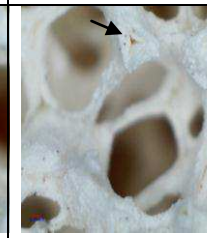
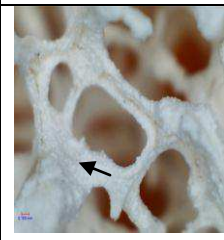

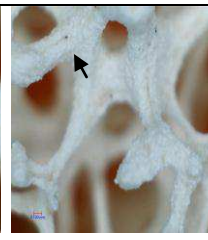
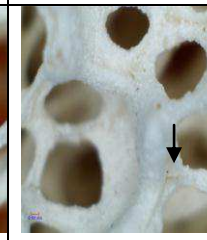
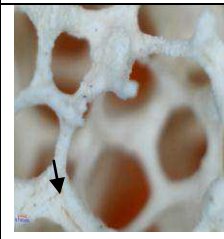
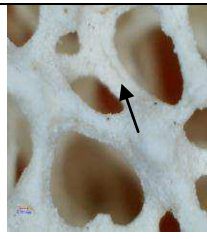
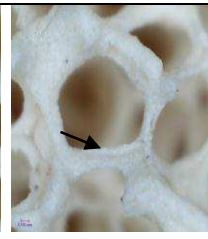
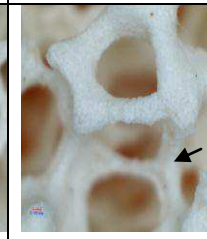
A Tabela 4.6, também mostra que com o aumento da temperatura de queima, a estrutura celular da amostra sinterizada, evidencia estrutura de filamentos mais finos, aparentemente menos compactos e de maior porosidade. Esse comportamento é relacionado provavelmente ao maior grau de sinterização, provocado por mudanças físicas e redução do volume dos corpos de prova, confirmando os resultados obtidos na retração linear (Figura 4.30).

Em relação aos defeitos, podem-se observar regiões com paredes mais espessas e menos espessas, decorrentes da etapa de processamento. Também é possível perceber a presença de trincas que apresentam-se

longitudinalmente ao comprimento do filamento e um vazio triangular (*triangular void*) provenientes da volatilização da espuma de poliuretano, do qual, é habitual em espumas cerâmicas obtidas pelo método da réplica, também verificados por Moraes *et al.* (2012) e ZHU *et al.* (2009).

Nas micrografias também verifica-se a presença de impurezas, provavelmente óxidos corantes, vistos na composição química (Tabela 4.1), podendo ser observados como pontos pretos nas paredes das espumas cerâmicas.

Tabela 4.7– Imagens de microscopia ótica da Composição 2 com aumento de 120X

	TEMPERATURAS (°C)			
	1150	1200	1250	1300
COMP2MP				
COMP2M5				
COMP2M7				
COMP2M10				

Fonte: Própria (2016).

Observa-se nas micrografias das espumas cerâmicas para composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10), Tabela 4.7, que com o aumento da temperatura, não houve alterações na espessura das paredes dos poros da espuma cerâmica, ocasionando apenas uma melhor sinterização e maior resistência, resultados que corroboram os de resistência à compressão (Figura 4.33).

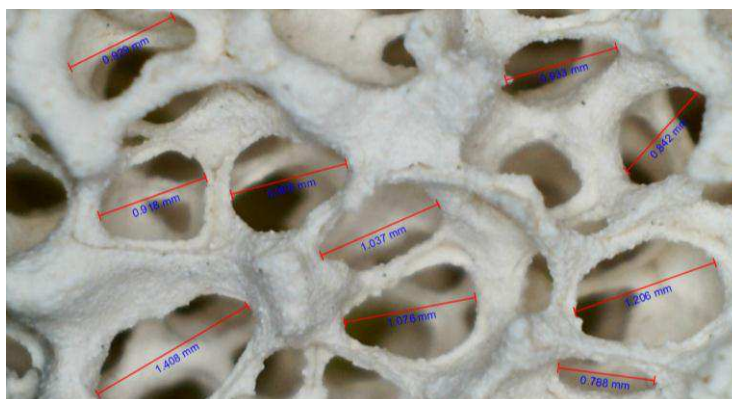
Também foi possível verificar a presença de trincas que apresentam-se longitudinalmente ao comprimento do filamento e um vazio triangular (*triangular void*) provenientes da volatilização da espuma de poliuretano.

Em comparação com as micrografias da Composição 2 (Tabela 4.6), percebe-se que as paredes da espuma cerâmica são um pouco mais finas, provavelmente por conter menor quantidade de argila, que proporciona maior plasticidade e conseqüentemente uma melhor impregnação da suspensão na espuma de poliuretano, durante o processamento pelo método da réplica.

De uma maneira geral, as espumas cerâmicas apresentaram uma boa formação de poros e uma boa uniformidade estrutural, o que foi previsto no estudo reológico (Figuras 4.17), já que apresentavam características pseudoplásticas, que são comportamentos adequados para recobrir o molde polimérico com eficiência (FALK *et al.* 2014 e YAO, 2006).

Com o ensaio de microscopia ótica também foi possível verificar o diâmetro médio dos poros da composição 1 (COMP1MP, COMP1M5, COMP1M7, COMP1M10) e da composição 2 (COMP2MP, COMP2M5, COMP2M7, COMP2M10). Para isto foi feita uma média de aproximadamente dez diâmetros por composição (Figura 4.36).

Figura 4.36 – Medidas dos diâmetros dos poros da espuma cerâmica



Fonte: Própria (2016).

As Tabelas 4.8 a 4.11 apresentam os diâmetros médios dos poros das espumas cerâmicas queimadas nas temperaturas de 1150, 1200, 1250 e 1300°C.

Tabela 4.8 - Diâmetro médio dos poros das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1150°C

COMPOSIÇÕES	DIAMETRO MÉDIO DOS POROS (mm)	COMPOSIÇÕES	DIAMETRO MÉDIO DOS POROS (mm)
COMP1MP	0,9	COMP1MP	1,1
COMP1M5	0,9	COMP1M5	1,1
COMP1M7	1,2	COMP1M7	0,9
COMP1M10	1,1	COMP1M10	1,1
COMP2MP	0,8	COMP2MP	1,1
COMP2M5	0,8	COMP2M5	1,1
COMP2M7	1,1	COMP2M7	1,1
COMP2M10	1,0	COMP2M10	1,1

Tabela 4.10 - Diâmetro médio dos poros das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1250°C

COMPOSIÇÕES	DIAMETRO MÉDIO DOS POROS (mm)
COMP1MP	0,8
COMP1M5	0,9
COMP1M7	1,1
COMP1M10	1,0
COMP2MP	1,1
COMP2M5	1,0
COMP2M7	1,0
COMP2M10	1,2

Tabela 4.11 - Diâmetro médio dos poros das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1300°C

COMPOSIÇÕES	DIAMETRO MÉDIO DOS POROS (mm)
COMP1MP	0,8
COMP1M5	1,0
COMP1M7	1,0
COMP1M10	1,1
COMP2MP	1,1
COMP2M5	1,1
COMP2M7	1,1
COMP2M10	1,1

Fonte: Própria (2016).

Os resultados obtidos através do cálculo dos diâmetros médios dos poros da espuma cerâmica (Tabelas 4.8 a 4.11) corroboram os verificados

pelas imagens das Tabelas 4.6 e 4.7, que constataram que com o aumento da temperatura de queima os diâmetros dos poros aumentaram, conseqüentemente ocorrendo uma diminuição das paredes da espuma para Composição 1, devido à maior perda ao fogo e retração. Para a Composição 2, observa-se que o aumento da temperatura não alterou significamente o diâmetro dos poros, provavelmente devido à maior quantidade de alumina, que trouxe uma maior estabilidade térmica.

Os valores de diâmetro dos poros, corroboram os de Herrera *et al.* (2012), que também utilizou uma espuma de poliuretano com 10ppi de densidade linear de poros.

4.4.2 Análise da imagem pelo software CHIMERA

A Figura 4.37, apresenta uma fotografia referente a uma espuma cerâmica sinterizada. A Figura 4.38, mostra a imagem binarizada gerada por software CHIMERA.

Figura 4.37 – Imagem da espuma cerâmica com aumento de 56X

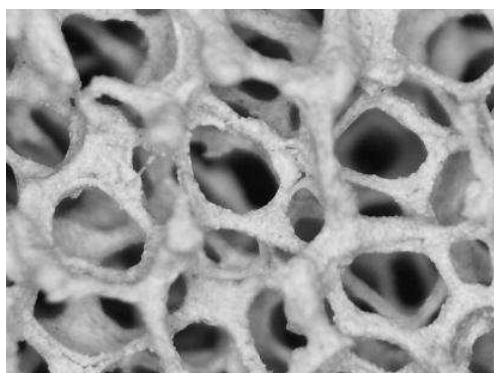
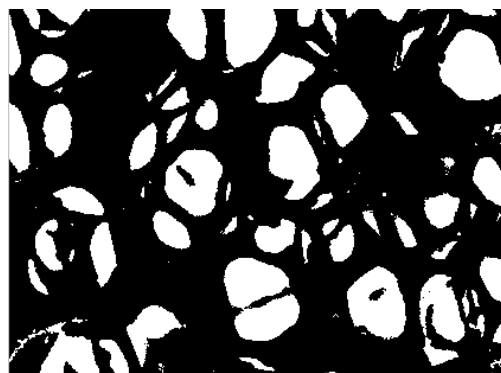


Figura 4.38 – Imagem da espuma cerâmica binarizada gerada por software CHIMERA



Fonte: Própria (2016).

Com a imagem obtida pelo microscópio ótico (Figura 4.37), foi possível a binarização através do programa CHIMERA (Figura 4.38), podendo-se prever alguns parâmetros morfométricos como a porosidade superficial (PS). Esses

valores encontram-se nas Tabelas 4.12 a 4.15, juntamente com os valores da porosidade calculada, obtidas no ensaio de porosidade aparente (PA).

Tabela 4.12 - Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1150°C

COMPOSIÇÕES	PA (%)	PS (%)
COMP1MP	50,7	48,9
COMP1M5	48,4	49,2
COMP1M7	55,5	48,5
COMP1M10	51,2	48,3
COMP2MP	56,0	52,8
COMP2M5	56,1	56,6
COMP2M7	55,1	52,1
COMP2M10	54,7	53,6

Tabela 4.13 - Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1200°C

COMPOSIÇÕES	PA (%)	PS (%)
COMP1MP	46,2	48,1
COMP1M5	48,9	48,1
COMP1M7	52,8	48,9
COMP1M10	51,7	49,8
COMP2MP	55,4	53,8
COMP2M5	57,1	50,8
COMP2M7	54,2	52,6
COMP2M10	54,9	50,9

Tabela 4.14 - Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1250°C

COMPOSIÇÕES	PA (%)	PS (%)
COMP1MP	46,2	46,7
COMP1M5	48,6	47,9
COMP1M7	52,5	51,7
COMP1M10	50,8	52,1
COMP2MP	54,8	54,8
COMP2M5	56,4	52,4
COMP2M7	53,4	53,1
COMP2M10	52,9	47,8

Tabela 4.15 - Porosidade aparente (PA) e porosidade superficial (PS) das espumas cerâmicas na temperatura de queima de 1300°C

COMPOSIÇÕES	PA (%)	PS (%)
COMP1MP	49,9	49,2
COMP1M5	49,7	45,8
COMP1M7	53,3	51,3
COMP1M10	46,4	49,5
COMP2MP	52,3	51,8
COMP2M5	54,3	52,4
COMP2M7	51,1	52,8
COMP2M10	52,1	48,5

Fonte: Própria (2016).

Nas Tabelas 4.12 a 4.15, os dados de porosidade obtidos através das diferentes técnicas de caracterização empregadas neste trabalho são apresentados comparativamente.

Verifica-se que os valores da porosidade superficial encontrada por análise de imagem pelo software CHIMERA, apresentam valores muito próximos aos encontrados por técnicas experimentais. Além da similaridade com as técnicas experimentais, o mesmo comportamento de variação da porosidade em temperatura de queima é verificado.

Observa-se que os valores obtidos por análise de imagem apresentam porosidades iguais ou menores que as técnicas experimentais. Esta constatação provavelmente ocorre devido ao desvio padrão que obtido no ensaio de porosidade aparente e os vazios deixados pela espuma polimérica, que a imagem capturada pelo software não é capaz de identificar. Isto também foi verificado por Moraes *et al.* (2012).

CONSIDERAÇÕES FINAIS

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com o estudo da incorporação do resíduo de vidro de lâmpada em massa para cerâmica porosa celular, foi possível concluir:

- **Caracterização das matérias-primas**

- ✓ Com o estudo da Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-x (EDX), verifica-se que a argila apresentou composição típica da argila *ball clay* rica em sílica e alumina, a alumina eletrofundida, mostrou predominância de óxido de alumínio e o resíduo de vidro de lâmpada que apresentou teores característicos de vidro soda-cal.

- ✓ Com relação ao estudo granulométrico foi possível verificar que a alumina e o resíduo de vidro de lâmpada apresentam diâmetro médio bem superior ao da argila.

- ✓ Por meio dos difratogramas e das curvas TG\DTG e DTA das amostras, verificou-se que seus resultados apresentaram picos e bandas característicos de cada material, tratando-se da argila *ball clay*, alumina eletrofundida e resíduo vidro de lâmpada.

- **Propriedades reológicas das suspensões cerâmicas**

- ✓ Com o estudo reológico foi possível verificar que o emprego da argila na composição da espuma cerâmica, facilitou o processo de impregnação em espuma polimérica, com uma viscosidade característica de pseudoplásticidade e tixotropia, que permitem uma maior aderência da suspensão nas paredes da espuma polimérica, sem perda em excesso.

- ✓ Com a curva de viscosidade em função da adição de silicato de sódio verificou-se que para as composições 1 contendo resíduo vítreo foi necessário uma maior quantidade de defloculante a ser utilizada na suspensão. Já nas composições 2, esse aumento só foi necessário para a suspensão com 10% de vidro de lâmpada.

- ✓ Também foi possível verificar que a Composição 3 não apresentou características adequadas para o processamento pelo método da réplica.

- **Tratamento térmico das espumas cerâmicas**

✓ O tratamento térmico mostrou-se adequado, já que a volatilização da espuma de poliuretano não ocasionou a quebra da microestrutura da espuma cerâmica.

- **Propriedades Físico mecânicas**

✓ Na variação de cor das espumas cerâmicas, observou-se que em ambas composições as peças ficaram gradativamente mais claras com o aumento da temperatura de queima. Também verificou-se que as espumas cerâmicas das composições 2, apresentam uma maior brancura, devido a uma maior quantidade de alumina em sua composição.

✓ Para as composições 1, a adição do resíduo vítreo aumentou a porosidade da espuma cerâmica, enquanto para as composições 2, a adição do resíduo vítreo nas composições com 7% e 10% de resíduo vítreo (COMP2M7 e COMP2M10) acarretou em uma menor porosidade aparente.

✓ Os valores de porosidade aparente para as duas composições, mostraram-se dentro da faixa pressuposta pela literatura para espuma cerâmica celular obtidas pelo método da réplica.

✓ A massa específica aparente teve aumento com o acréscimo da temperatura de queima, devido à maior densificação das paredes da espuma cerâmica durante a sinterização.

✓ As espumas cerâmicas provenientes das composições 1 apresentaram menores valores de absorção de água do que os derivados das composições 2.

✓ Nos resultados obtidos pela perda ao fogo e retração linear, verificou-se que em ambas composições a maior porcentagem de perda está relacionada à massa padrão (COMP1MP, COMP2MP), provavelmente devido a maior quantidade de argila em sua composição.

✓ A adição do resíduo vítreo não ocasionou alteração significativa na retração linear e as duas composições encontram-se dentro da faixa permitida para cerâmica porosa celular.

✓ Em relação à densidade relativa, observou-se que a adição do resíduo vítreo diminuiu a densidade aparente da espuma cerâmica.

✓ A adição do resíduo vítreo na composição da espuma cerâmica nas duas composições, mostrou-se satisfatória, pois ocasionou um aumento da resistência mecânica.

✓ A COMP1M10, proporcionou uma maior resistência à compressão já na temperatura de 1250°C. E a COMP2M7 na temperatura de 1300°C apresentou propriedades mecânicas superiores.

- **Propriedades Microestruturais**

✓ Com o estudo microestrutural da espuma cerâmica, pode-se verificar que para as composições 1, o aumento da temperatura de queima evidenciou estrutura de filamentos mais finos, aparentemente menos compactos e de maior porosidade. Enquanto para as composições 2, o aumento da temperatura não alterou significativamente as paredes da espuma cerâmica.

✓ Por meio análise de imagem com o software CHIMERA, pode-se encontrar valores de porosidade superficial muito próximos aos encontrados por técnicas experimentais.

Portanto, pode-se afirmar que de uma forma geral com o aumento do teor de resíduo vítreo de lâmpadas fluorescentes na composição da espuma cerâmica, ocorreu uma melhora nas propriedades físico-mecânicas do corpo cerâmico. No entanto de acordo com resultados, pode-se afirmar a viabilidade de utilização do resíduo do vidro de lâmpadas fluorescentes na substituição parcial a argila para produção cerâmica porosa celular, diante do seu potencial como fundente, nas proporções de 5, 7 e 10% de resíduo. Sugerindo para a composição 1 a COMP1M10 a temperatura de queima de 1250°C, e para composição 2, a COMP2M7 a temperatura de queima de 1300°C em que apresentaram propriedades físico-mecânicas melhores que as demais estudadas.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

ABILUX, **Associação Brasileira da Indústria da Iluminação**, 2013. Disponível em <<http://www.abilux.com.br>>. Acesso em 01/11/2014.

ABIVIDRO – **Associação Brasileira das Industrias Automáticas de Vidro**. Disponível em <http://www.abividro.org.br/Reciclagemdovidro.Beneficio dareciclagemdovidro>. Acesso em 20.03.2014.

ABNT NBR 10004. **Associação Brasileira de Normas Técnicas**. Resíduos sólidos – Classificação. 2ª Ed. 2004.

ALBERO, J.L.A. **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte I: O Preenchimento das Cavidades do Molde**. Cerâmica Industrial, vol. 5, 2000.

ALBERS, P. F.; MELCHIADES, F. G.; MACHADO, R.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O. **Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X**. Cerâmica vol.48, 2002.

ALBUQUERQUE, F. R.; LIMA, S. J. G.; PASKOCIMAS, C. A.; LONGO, E. ; SOUZA, A. G.; SANTOS, I. M. G. **Processamento de cerâmicas reticuladas a partir de matérias-primas naturais**. Cerâmica vol.52, 2006

AMBIENSYS, **O lucrativo filão de reciclar lâmpada** (2011). Disponível em: <http://www.bulbox.com.br/news_02_03_07.html> Acesso em: 15 Nov. 2013

ARAÚJO, A. M. B.; PORTO, V. S.; MORAIS, C. R. S.; CAVALCANTI, M. S. L.; **"Morphological characterization of bodies with ceramic formulated vitreous using waste as fluorescent fondant"**, p. 33 . In: Proceedings of the International Symposium on Crystallography [Blucher Physics Proceedings, v.1, n.3. Blucher, 2015.

ARGUELLO, V. M. **Obtenção e caracterização de espumas cerâmicas de alumina para uso como queimadores radiantes**. (Dissertação) Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, 2009.

ASSIS , O. B. G. **O uso de vidro reciclado na confecção de membranas para microfiltração**. Cerâmica vol 52, 2006.

AVELAR, A. A.; SANTOS, L.P.S. **Membranas cerâmicas nanoestruturadas de alta estabilidade térmica**. 51 Congresso Brasileiro de Química. São Luiz, Maranhão, 2011.

BARBOSA, L. B.; JESUS, L. M.; MATOS, S. J.; MACEDO Z. S. **Produção de espuma cerâmica com baixo impacto ambiental para aplicação em petróleo**. Scientia Plena, Vol. 6, pag. 12, 2010.

BINNER, J. **Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications**. Ceramic Foams. Paolo Colombo (Eds.),2005.

BLANC , F.; PETERS, F.; LEMAIRE, E. **Local transient rheological behavior of concentrated suspensions**. Journal of Rheology: vol 55, pag 835, 2011.

BO, M.; SILVA, L.; OLIVEIRA, V. VILMAR, A. **Fabricação de Vetrosas com a Utilização de Resíduos de Vidro Plano e Vidro de Bulbo de Lâmpadas**. Ceramica Industrial, vol. 14, 2009.

BOTELA, R.M. **Reología de Suspensiones Cerámicas**. Biblioteca de Ciências, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 2005.

BRANDÃO, A.C.; GOMES, L.M.B.; AFONSO, J.C. **Educação Ambiental: O caso das lâmpadas usadas**. Instituto de Química - Universidade Federal do Rio de Janeiro. Pág. 731, 2011

BRITO, F. V. **Processamento de meios porosos à base de sílica**. (Tese) Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE VII, 158 p. Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2005.

CARTER, C.B; NORTON, M. G. **Ceramic Materials – Science and Engineering**. Ed. Springer, 2007.

CEMPRE, **Compromisso Empresarial para a Reciclagem**. Disponível em: <<http://www.cempre.org.br>>. Acesso em: em 07 de julho de 2014.

CESCONETO, F. R.; RODRIGUES NETO, J. B.; ARGARO, S.; RAUPP-PEREIRA, F.; HOTZA, D.; OLIVEIRA, A. P. NOVAES. **Rheology of suspensions of a parent glass belonging to the LiO₂ -ZrO₂ -SiO₂ -Al₂O₃ glass-ceramic system**. Cerâmica 60 pag. 149-153, 2014.

CLAUDIA VOIGT, C.; JÄCKEL E.; ANEZIRIS, C.G., HUBÁLKOVÁ J. **Investigations of reticulated porous alumina foam ceramics based on different coating techniques with the aid of μ CT and statistical characteristics**. Ceramics International vol. 39, pág. 2415–2422, 2013

COLOMBO, P. **Ceramic foams: fabrication properties and application**. In Key Engineering Materials, vol. 206-213, 2005,

CRUZ, J. A. dos R.; CARVALHO, E. H. de; PFEIFFER, S. C.. **Diagnóstico dos resíduos sólidos da universidade federal de Goiás**. In: congresso brasileiro de engenharia sanitária e ambiental, pág 25, 2009.

DIAS, G.G. **Plano de gerenciamento integrado de resíduos vítreos – PGIRV**. Fundação Israel Pinheiro, pág.24, 2009.

DINGER, D. R. **Rheology for ceramists**. Clemson, SC : Dinger Ceramic Consulting Services, Morris Publishing- pág. 213, 2002,

DITTMANN, J.; KOOS, E.; WILLENBACHER, N. **Ceramic capillary suspensions: novel processing route for macroporous ceramic materials.** Journal of the American Ceramic Society vol:96, pág:391-397, 2013.

DULLAERTA, K.; MEWISB, J. **Thixotropy: Build-up and breakdown curves during flow.** Journal of Rheology, vol. 49, pág. 1213-1230, 2005.

DUTRA, R. P. S. ; PONTES, L. R. A. **Obtenção e análise de cerâmicas porosas com a incorporação de produtos orgânicos ao corpo cerâmico.** Cerâmica 48, pág 308, 2002.

ESCARDINO, A.; AMORÓS, J.L.; ORTS M.J.; GOZALBO, A.; MESTRE, S.; APARISI, J.; FERRANDO, F.; SÁNCHEZ L. **Porosidade Superficial de Vidrados Polidos: Influência de Algumas Variáveis.** Cerâmica Industrial, vol. 7, 2002.

FALK, G. S.; RODRIGUEZ, ACCHAR, A. L.; W.; FOLETTTO, E. L. **Impregnation of catalysts on support of alumina ceramic foam.** Cerâmica vol.60, pág.353, 2014

FALK, G.S. **Impregnação de TiO_2 em Esponja Cerâmica para Aplicações Fotocatalíticas.** (Dissertação). Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Ambiental - Área de Concentração em Gestão e Tecnologia Ambiental. Santa Cruz do Sul, 2013.

FERNANDES, D. ARMELLINI, C. **Desenvolvimento de novas técnicas para utilização de sucata de vidro visando a produção de novos produtos.** São Paulo, Anais 6 P&D, 2004.

FONSECA, F. R. A. **Desenvolvimento de sistemas fotônicos a partir de matrizes silico aluminosas dopadas com neodímio com perspectivas de uso na odontologia** (Dissertação) Universidade Federal de Campina Grande, 2010.

FORMANSKIA, G.; MENEGHELA, G.; LIMAA, H.; PAGNANA, J.; PINTOA, M.; TASSIA, R.; CARGNINA, M.; NONI JR., A.; MODESTO, C. **Estudo da Confecção de Cerâmicas Celulares pelo Método da Réplica.** Cerâmica Industrial, vol. 12, 2007.

FRANCIS, A. A. e RAHMAN ABDEL, K. **Formation of Cellular-Structure Material from Automotive Glass Waste and Sawdust.** Materials and Manufacturing, vol. 28, pág. 616-620, 2013.

FREITAS, N. L; MANIERO, M. G.; COURY, J. R. **Filtration of aerosols at high temperatures using a double layer ceramic filter: influence of the particle diameter in the collection efficiency.** Cerâmica vol. 50 pág. 355-361, 2004.

GALDINO, A.G. S.; ZAVAGLIA C. A. C. **Physical-mechanical characterization of hydroxyapatite-titanium oxide composites prepared by the polymeric sponge method.** Cerâmica 58 pág. 388-392, 2012

GOMES, L.B.; TAGLIARI, F.F.; HATZFELD, J. POKORNY, A. BERGMANN, C. **Obtenção e caracterização de cerâmicas celulares porosas obtidas a partir de resíduos de vidros com fase não sinterizável.** 58º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2014.

GOUVEIA, F. P.; SPOSTO, R. M. **Incorporação de chamote em massa cerâmica para a produção de blocos um estudo das propriedades físico-mecânicas.** Cerâmica, vol. 55, pág. 415-419, 2009.

HAN, Y.; KIM, H.; PARK, J. **Fabrication and characterization of macroporous flyash ceramic pellets.** Materials characterization vol.62 pág 817-824, 2011.

HERNANDEZ, M.T.; GONZALEZ, M. **Synthesis of resins as alpha-alumina precursors by the Pechini method using microwave and infrared heating CIEMAT, Materials for Fusion.** Journal of the European Ceramic Society , vol. 22 pág 2861–2868, 2002.

HERRERA, A.M.; ÁLVAREZ, O.; ESCOBAR, J.; MORENO, V.; OLIVEIRA JR. A.A.M.; HOTZA, D. **Fabricación y caracterización de espumas de alúmina para aplicación en quemadores porosos radiantes.** Revista Matéria, pág. 973-987, 2012.

HIMENZ, P.C. **Principles of Colloid and Surface Chemistry.** Second Edition Revised and Expanded, editado por Marcel Dekker, Inc. 1986.

INNOCENTINI, M. D. M. , ROMANO, R. C. O, SCHREURS, H. , RODRIGUES V. P. , COURY ,J. R. , PILEGGI, R. G. **Avaliação da permeabilidade de filtros de aerossóis para altas temperaturas, preparados a partir da técnica de adição de espuma aquosa em suspensão cerâmica.** Cerâmica 55 pág. 437-447, 2009.

KALYON, D. M.; YARAS, P.; ARAL, B.; YILMAZER, U. **Rheological behavior of a concentrated suspension: A solid rocket fuel simulant.** Journal of Rheology vol 37, pag. 35, 1993.

KRUGER, F.R.; OLIVEIRA, D.L.A.; Braga, S.R.O.Q. **Incorporação de vidro plano moído em substituição ao cimento e ao agregado miúdo (areia) em argamassas de concreto.** Revista Teoria e Prática na Engenharia Civil, vol.21, pág. 25-39, 2013.

LEE. C.H.; MOTURI, V. LEE, Y. **Thixotropic property in pharmaceutical formulations.** Journal of Controlled Release, vol. 136, pág. 88-89, 2009.

MAFIOLETTI. D.; BOZELO. GI.; CREPALDI, L. B.; CARGNIN, M. **Utilização de diferentes métodos para a determinação da curva de defloculação de matérias-primas cerâmicas.** Rev. Técnico Científica, vol. 3, 2012.

MARINO, L. F. E BOSCHI, Q. O. **A Expansão Térmica dos Revestimentos cerâmicos Parte IV: Efeitos da adição de Dolomita.** Cerâmica Industrial vol.5, 2000.

MELO M. M.; MARTINELLI, A. E. ; PINHEIRO A. S.; NASCIMENTO R. M.; VIEIRA F. A. **Avaliação do efeito da adição de chamote de telha em formulação de grés porcelanato com queima a gás natural.** In: 17º. CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia de Ciências dos Materiais, 2006.

MENEZES, R. R., NEVES, G.A., FERREIRA, H.C. **O estado da arte sobre o uso de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas.** Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, vol.6, pág.303-313, 2002.

MENEZES, R.R.; MARQUES, J.N.; SANTANA, L.N.L; KIMINAMI, R.H.G.A.; NEVES, G.A.; FERREIRA, H.S. **Uso de resíduo da produção de alumina eletrofundida na produção de blocos e telhas cerâmicos.** Cerâmica, Vol 56, pag. 244-249, 2010.

MESQUITA, R.M. **Desenvolvimento de cerâmicas porosas à base de Nitreto de Silício.** (Dissertação) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, 2009.

MEWIS, J.; WAGNER, N.J. **Thixotropy. Advances in Colloid and Interface.** Science, vol. 147-148, pág. 214-227, 2009.

MOMBACH, V L.; RIELLA, H.G.; KUHNEM, N.C. O estado da arte na reciclagem de lâmpadas fluorescentes no brasil: parte 1. Revista Acta Ambiental Catarinense vol. 5, 2008.

MONTEIRO, B.; SANTOS, D.; CRISTINA, G.; JESUS, J.; SAITO, V. N. Reaproveitamento de lâmpada fluorescente em massa de grés porcelanato. 17o CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciencia dos Materiais, 2006.

MORAES, E. G. **Processamento e Caracterização de Cerâmicas Celulares Obtidas por Emulsificação de Alcanos em Suspensões de Alumina.** (Tese) Universidade Federal de Santa Catarina Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, 2010.

MORAES,G.G.; NETO,J.B.R.; HOTZA, D. OLIVEIRA, A.P.N. **Produção e caracterização de espumas cerâmicas obtidas a partir de lodo de Anodização de alumínio.** Quim. Nova, Vol. 35, pág.143-148, 2012.

MORAIS, A.S.C.; MONTEIRO, S.N. ;ALEXANDRE, J; XAVIER, G.C.;VIEIRA, C.M.F. **Caracterização de resíduo de lâmpada fluorescente para incorporação em cerâmica vermelha.** Revista da Anicer vol 81, 2013.

MORELLI, A.C; BALDO, J.B. **Barbotinas cerâmicas contendo rejeito de vidros soda cal para maturação em baixa temperatura.** Cerâmica Industrial, vol.8, pág.42-46, 2003.

MORENO, V.; ESCOBAR, J.A.; ALVAREZ, O.A.; RAMBO, C.R. **Produção e Caracterização de espumas Macrocelulares de alumina para aplicação em queimadores radiantes.** Exacta, vol. 7 n. 2. Pag. 205-2014. 2009.

MUNDSTOCK, K.B.;MORAES, E.G.;HOTZA, D.; OLIVEIRA, A.P.N. **Processamento e Caracterização de Espumas Vitrocerâmicas do Sistema SNCP (SiO₂ – Na₂O – CaO – P₂O₃).** Quim. Nova, vol 33, n. 3, 2010.

NANDI, V.S. ; RAUPP-PEREIRA,F.; MONTEDO, O.R.K.; OLIVEIRA, A.P.N. **The use of ceramic sludge and recycled glass to obtain engobes for manufacturing ceramic tiles.** Journal of Cleaner Production, vol. 86, pag. 461–470, 2015.

OHJI, T.; FUKUSHIMA, M. **Macro-porous ceramics: processing and properties.** International Materials Reviews, vol. 57, n. 2, pág.115-131, 2012.

OLIVEIRA, I. R. A. R.; STUDART, R. G. PILEGGI; V. C. PANDOLFELLI. **Dispersão e empacotamento de partículas - princípios e aplicações em processamento cerâmico.** São Paulo: Fazendo Arte Editorial, 2000.

OLIVEIRA, C. F.; STRECKER, F. **Comparação da sinterização de uma massa cerâmica triaxial contendo albita ou espodumênio.** 56º congresso brasileiro de cerâmica, 2012.

OLIVEIRA, V.; BÓA, M.D.; SILVA, L. **Fabricação de Vetrosas com a Utilização de Resíduos de Vidro Plano e Vidro de Bulbo de Lâmpadas.**Cerâmica Industrial vol.14, 2009

PASSOS, E. R.; RODRIGUES ,J. A. **The influence of titanium and iron oxides on the coloring and friability of the blue fired aluminum oxide as an abrasive material.** Cerâmica vol.62 pág 361, 2016.

PEREIRA, J. A. R., **Geração de Resíduos Industriais e Controle Ambiental** (2010). Disponível em: www.desenvolvimento.gov.br, acesso em 07 de julho de 2013.

PIANORO, S. A.; RODRIGUES, A. M.; BERG, E. A. T.; SANTOS, A. H. **Propriedades de matérias-primas selecionadas para a produção de grés porcelanato.** Cerâmica Industrial, vol. 9, pág. 33-38, 2004.

POKORNY, A. **Aditivção por Óxidos de Agente Espumante à Base de Calcário Dolomítico Sintético e seu Efeito na Formação da Microestrutura de Espumas Vítreas a Partir de Resíduo de Vidro Sodocálcico.** (Tese) Escola de Engenharia Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, 2011.

POKORNY, A.; VICENZI, J. ; BERGMANN, C.P. **Influência da Granulometria das Matérias-Primas na Microestrutura e nas Propriedades de Espumas Vítreas.** Congresso SAM/CONAMET. San Nicolás, 2007.

POKORNY, A.; VICENZI, J.; BERGMANN; C.P. **Produção e caracterização de espumas vítreas a partir de vidro sodo-cálcico e calcário dolomítico como agente espumante.** 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006.

POLÍTICA NACIONAL DE RESÍDUOS SÓLIDOS, **Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos**; lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998.

PRABHAKARAN, K. OJHA, P.K. GOKHALE, N.M. SHARMA, S.C. **Microporous alumina substrate with porosity >70% by gelcasting**. *Ceramics International* vol.33, pág. 515–520, 2006

PRABHAKARAN, K. OJHA, P.K. GOKHALE, N.M. SHARMA, S.C.. **Effect of polymer concentration on porosity and pore size characteristics of alumina membrane substrates prepared by gelcasting**. *Ceramics International* vol.35, pág. 2083-2085, 2009.

RAMALHO, E.G. **Análise do Comportamento Mecânico de Espumas Cerâmicas a Base de Alumina Obtidas pelo Método da Réplica**. (Tese) Universidade Federal do Rio Grande do Norte Centro de Tecnologia - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2012.

REIS ; J. N. OLIVEIRA ; V.P.DELLA-SAGRILLO ; F.R.VALENZUELA-DIAZ. **Caracterização e avaliação das propriedades cerâmicas de argila utilizada em cerâmica estrutural** . 21º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2014.

RIBEIRO A. S. M.; DAVIM, E. J. R; MONTEIRO, R. C.; FERNANDES, M. H. V. **Valorização das escórias da celulose do Caima por técnicas de vitrificação**. *Ciência e Tecnologia dos Materiais*, Vol. 19, n. 3/4, 2007.

Rocha , R. R.; Zanardo, A.; Moreno M. M. T. **Estudo do comportamento reológico de barbotinas preparadas com argilas da Formação Corumbataí utilizadas no pólo cerâmico de Santa Gertrudes (SP)**. *Cerâmica* vol. 54 pag. 332-337, 2008.

ROMANO , R. C. O.; PANDOLFELLI V. C. **Obtenção e propriedades de cerâmicas porosas pela técnica de incorporação de espuma**. *Cerâmica* vol.52 n.322, 2006.

SACKS, M.D. **Principles of Dispersion of Powders in Liquids** Apostila do curso oferecido ao PPG-CEM da UFSCar em novembro de 1995.

SALEM, R. E. P. ; SILVA JR., E. M. ; CHINELATTO, A. S. A. ; CHINELATTO, A. L. ; PALLONE, E. M. J. A. . **Synthesis of α -alumina fine powders with seeding by an egg white simple route**. In: I Congresso Ibero-Americano de Superfície, Materiais e Aplicações de Vácuo, 2014.

SALOMÃO, R.; BRANDI, J. **Filamentous alumina–chitosan porous structures produced by gelcasting**. *Ceramics International* vol. 39, pag. 7751–7757, 2013.

SALOMÃO, R.; CARDOSO, P. H.; BRANDI, J. **Gelcasting porous alumina beads of tailored shape and porosity**. *Ceramics International* vol. 40, pag. 16595–16601, 2014.

- SANTIS, B.C.; SICHIERI, E.P.; ROSSIGNOLO, J.A.; FERREIRA, G.; FIORELLI, J. S. **Paulo state ceramic material characterization for the production of concrete lightweight aggregate**. Cerâmica vol.59 n.350, 2013.
- SANTOS, C. P. F.; MELO, D. M. A.; MELO, M. A. F.; SOBRINHO, E.V. **Caracterização e usos de argilas bentonitas e vermiculitas para adsorção de cobre (II) em solução**. Cerâmica vol.48 pág.308, 2002.
- SANTOS, P. S. **Ciência e Tecnologia das Argilas**. 2ª edição revisada ampliada. vol.1,2 e 3. Edgard Blucher Ltda. 1992.
- SARTOR, M. N. **Caracterização do resíduo de anodização do alumínio como matéria-prima para o desenvolvimento de produtos cerâmicos**. (Dissertação) Ciência e Engenharia de Materiais 2006,
- SAVICZKI, F. **Técnicas de Gestão de Resíduos em Empresas de Reparação Veicular**. Simpósio Sindirepa, 2012.
- SCHEFFLER, M.; COLOMBO, P. **Cellular Ceramics: structure, manufacturing, properties and applications**. Alemanha: Wiley-VCH, 2005.
- SCHWARTZWALDER, K. and SOMERS A. V., **Method of Making Porous Ceramic**. Articles,US Pat. n. 3090094, 1963.
- SEO, E.S.M.; MOURÃO, R.F. **Logística Reversa de Lâmpadas Fluorescentes**. InterfaEHS – Revista de saúde, meio ambiente e sustentabilidade. Vol. 7 n. 3, 2012.
- SILVA, J.B.P GOMES, C.S.F; . **Minerals and clay minerals in medical geology**. Applied Clay Science. Vol. 36, pag. 4–21, 2007.
- SILVA, L.L.O. **Síntese e caracterização de suportes de alumina usados em membranas cerâmicas**. (Dissertação) Universidade Federal de Minas Gerais, 2010.
- SILVA, V.R.; SANT'ANNA, S.S.; YOSHIDA, M.I. **Caracterização de um Rejeito da Indústria de Alumínio para Futuras Aplicações**. 50 congresso brasileiro de química , 2010.
- SIMÃO, L.; MONTEDO O. R. K.; CALDATO R. F. ; INNOCENTINI M. D. de M. ; PAULA, M. M. da S.; SILVA e L. **Emprego de Carbonato de Cálcio na Obtenção de Estruturas Cerâmicas Porosas**. 20º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat., 2012.
- SOUSA, E. et al. **LZSA glass ceramic foams prepared by replication process**. Advances in Applied Ceramics, vol. 104 , n. 1, p.22-29, 2005.
- SOUSA, E.; RAMBO,C.R.; ORTEGA,F.S.; OLIVEIRA, A.P.N. PANDOLFELLI, V.C. **Li₂O-ZrO₂-SiO₂-Al₂O₃ glass-ceramic foams produced by the gelcasting process**. Cerâmica vol. 55 pág 157-162, 2009.

SOUSA, T.M.A. **Proposta de Desenvolvimento de Massa Cerâmica para Porcelanato com Incorporação de Resíduo de Vidro – Lâmpadas Fluorescentes.** (Monografia), Departamento de Ciências Ambientais e Tecnológicas Curso de Ciência e Tecnologia, 2013.

SOUZA, F. B. M. **Caracterização de cerâmicas porosas de alumina reforçada com zircônia produzidas pelo método da réplica.** (Dissertação) Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2008.

STUDART, A.R.; GONZENBACH, U.T.; TERVOOT, E.; GAUCKLER, J. **Processing routes to macroporous ceramics: A review.** Journal of the American Ceramic Society, vol. 89, n. 6, pág. 1771-1789, 2006.

TASKIRAN, M.U.; DEMIRKOL, N.; CAPOGLU, A. **Influence of mixing/milling on sintering and technological properties of anorthite based porcelainised stoneware.** Ceramics International, vol. 32, pág. 325–330, 2006.

TOMITA, T., KAWASAKI, S., OKADA K., **“Effect of viscosity on preparation of foamed silica ceramics by a rapid gelation foaming method”**, Journal of Porous Materials vol. 12 pág 123–129, 2005.

TORQUATO, W. L.; RAMALHO, E.G.; ACCHAR, W. **Analysis of the Mechanical Behavior of Ceramic Filters of the Systems Al₂O₃-LZSA and Al₂O₃-SiC.** Materials Science Forum, Vols. 798-799, pág. 707-712, 2014.

VARELA, M.L.; FORMIGA, F.L.; DUTRA, R.P.S.; NASCIMENTO, R.M.; PASKOCIMAS, C.A. **Influência da adição de resíduo de caulim nas propriedades tecnológicas de uma massa padrão de porcelanato produzido em escala industrial.** Cerâmica vol. 55, pág. 209-215, 2009.

VU, D.; WANG, K.; BACC, B.H. **Humidity control porous ceramics prepared from waste and porous materials Show more.** Materials Letters vol. 65, pág. 940–943, 2011.

WEINAND, W. R. **Hidroxiapatita natural obtida por calcinação de osso de peixe e a sua aplicação na produção de materiais compósitos cerâmicos biocompatíveis** (Tese), Universidade Estadual de Maringá, 2009.

WU, J. P. ; BOCCACCINI, A. R. ; LEE, P. D. ; KERSHAW M. J. ; RAWLINGS R. D. **Glass ceramic foams from coal ash and waste glass: production and characterization.** Advances in Applied Ceramics. Vol. 105, pág. 32-39, 2006.

YAO, X.; TAN, S.; HUANG, Z. **Effect of recoating slurry viscosity on the properties of reticulated porous silicon carbide ceramics.** Ceramics International vol. 32 , pág.137–142. 2006.

ZHU, Z.; LI, T.; LU, J.; WANG, D.; YAO, C. **Characterization of kaolin flocs formed by polyacrylamide as flocculation aids.** Int. J. Miner. Process., vol.91, pág.94-99, 2009.